



# Lois de comportement des matériaux utilisés dans les contacts électriques pour application " flip chip "

David Mercier

## ► To cite this version:

David Mercier. Lois de comportement des matériaux utilisés dans les contacts électriques pour application " flip chip ". Matériaux. Université de Grenoble, 2013. Français. NNT : 2013GRENI083 . tel-01127940

**HAL Id: tel-01127940**

**<https://theses.hal.science/tel-01127940>**

Submitted on 9 Mar 2015

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**THÈSE**

Pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE**

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

**David MERCIER**

Thèse dirigée par **Yves Bréchet**  
et codirigée par **Vincent Mandrillon et Marc Verdier**

préparée conjointement au sein du **Commissariat à l'Energie Atomique de Grenoble (CEA)** et du **Laboratoire en Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés (SIMaP)**

dans l'**École Doctorale « Ingénierie - Matériaux, Mécanique, Energétique, Environnement, Procédés, Production » (I-MEP2)**

**Lois de comportement des matériaux utilisés dans les contacts électriques pour application « flip chip ».**

Thèse soutenue publiquement le « **25 Novembre 2013** »,  
devant le jury composé de :

**M. Roland FORTUNIER**

Professeur des Ecoles des Mines, ENISE Saint-Etienne, Président

**M. Etienne BARTHEL**

Directeur de Recherche, CNRS Saint-Gobain Aubervilliers, Rapporteur

**Mme Sophie NOEL**

Directeur de Recherche, LGEP Paris, Rapporteur

**M. Yves BRECHET**

Professeur, Grenoble INP, Directeur de thèse

**M. Vincent MANDRILLON**

Ingénieur-Chercheur, CEA Grenoble, Encadrant de thèse

**M. Marc VERDIER**

Chargé de Recherche, SIMaP, Encadrant de thèse

**M. Guillaume PARRY**

Maître de Conférences, Grenoble INP, Invité





## **Lois de comportement des matériaux utilisés dans les contacts électriques pour application « flip chip ».**

Dans le cadre de l'intégration « 3D », une technologie d'assemblage par report de puces sur tranche de Silicium (« flip chip ») reposant sur un procédé de microinsertion a été développée ces dernières années. Cette technologie est basée principalement sur la mise en contact par thermocompression, de réseaux de (micro)inserts en Nickel ECD, avec des plots de connexions métalliques en Al(Cu). Au cours de ce travail, un scénario de formation du contact entre un unique microinsert de Nickel rugueux et un film mince d'Aluminium lisse, prenant en compte la présence d'Alumine native à l'interface de contact, est proposé pour une gamme de pressions allant du MPa au GPa. L'analyse du contact métal-oxyde-métal se base essentiellement sur la fissuration de l'oxyde natif suivie de l'extrusion du métal au travers des fissures, et nécessite d'établir au préalable les lois de comportement des matériaux mis en jeu à partir d'essais de nanoindentation instrumentée couplés à des simulations numériques. Enfin, la mesure de l'évolution de la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée à l'aide de dispositifs expérimentaux originaux, permet de mettre en évidence les différents mécanismes de formation du contact métallique lors du procédé de microinsertion.

**Mots clés :** nanoindentation ; microinsertion ; poinçon plat ; mécanique du contact ; contact électrique ; Aluminium ; Alumine ; Nickel ECD ; films minces ; multicouche, fissuration ; simulation en éléments finis.

## **Behaviour laws of materials used in electrical contacts for « flip chip » technologies.**

In the field of « 3D » microelectronic integration, a wafer level technology using flip chip stacking and based on a microinsertion process has been developed recently. This technology is mainly based on the contact realized by thermocompression between a network of microinserts made of Nickel ECD, with connections pads in Al(Cu). In this work, a scenario describing the contact establishment between a unique rough microinsert of Nickel and a smooth thin Aluminum film taking into account the presence of native Alumina at the contact interface, is developed for a range of pressures from MPa to GPa. The analysis of the metal-oxide-metal contact is essentially based on the fracture of the native oxide followed by the metal extrusion through cracks, and requires the knowledge of the behaviour laws of materials, obtained from instrumented nanoindentation tests coupled with numerical modeling. Finally, the measure of the electrical contact resistance evolution in function of applied load, with specific pioneering experimental setup, showcases the mechanisms driving the formation of metallic contact during the microinsertion process.

**Keywords :** nanoindentation ; microinsertion ; flat punch ; contact mechanics ; electrical contact ; Aluminium ; Alumina ; Nickel ECD ; thin films ; multilayer ; fracture, finite element modeling.





« Le savant doit ordonner ; on fait la science avec des faits, comme on fait une maison avec des pierres :  
mais une accumulation de faits n'est pas plus une science qu'un tas de pierres n'est une maison. »  
de Henri Poincaré (La Science et l'Hypothèse - 1901)

« La science ne consiste pas seulement à savoir ce qu'on doit ou peut faire, mais aussi à savoir ce qu'on  
pourrait faire quand bien même on ne doit pas le faire. »  
de Umberto Eco (Le nom de la rose - 1980)



## Remerciements

Cette thèse a été réalisée principalement au CEA-LETI (Commissariat à l’Energie Atomique et aux Energies Alternatives - Laboratoire d’Électronique et de Technologies de l’Information) en collaboration avec le laboratoire SIMaP (Sciences et Ingénierie des Matériaux et Procédés), tous les deux basés à Grenoble. Je souhaite dans un premier temps remercier Didier Bloch (CEA-LETI-DCOS-S3D-LCFC) et Michel Pons (SIMaP), les chefs de laboratoire qui m’ont accueilli. J’aimerais également avant tout, remercier toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de cette thèse.

Je tiens particulièrement à remercier mon directeur de thèse, Yves Bréchet, pour les discussions très instructives en particulier sur la mécanique des matériaux et pour les nombreux conseils divers et variés. J’exprime mes plus sincères remerciements à mes deux principaux encadrants de thèse, Vincent Mandrillon et Marc Verdier, pour leur disponibilité et leur précieuse aide durant ces trois années de thèse. Je remercie également Christophe Poulain pour les nombreux échanges sur le thème du contact électrique, Fabien Volpi pour m’avoir incité à faire un stage de fin d’étude à l’origine de cette thèse et Guillaume Parry et Rafael Estevez pour le temps passé à m’expliquer la modélisation numérique.

J’en profite pour remercier les membres du jury pour le temps et l’intérêt qu’ils ont accordés à mon travail. Je remercie en particulier les deux rapporteurs, M. Etienne Barthel et Mme Sophie Noël pour l’intérêt qu’ils ont manifesté pour mon travail. Je remercie également, M. Roland Fortunier pour avoir accepté de présider le jury.

Un grand merci aux membres du CEA-LETI avec qui j’ai pu collaborer, en particulier, Hervé Boutry, Sophie Verrun, Henri Blanc, Tony Maindron, Stéphane Minoret, Patrice Gergaud, Denise Muiyard, Jean-Marc Fabbri, Alain Faure et les différentes équipes des bâtiments 40 et 41, ainsi que Thibault Haccart et Frédéric Gustavo de la PTA (Plateforme Technologique Amont), pour leur aide précieuse lors de l’élaboration et la caractérisation de la plupart de mes échantillons.

Je remercie infiniment Mohamed et Edrisse pour m’avoir supporté (dans tous les sens du terme) et pour le temps qu’ils ont passé à écouter mes théories. Un tout grand merci à Baptiste, avec qui j’ai découvert les joies de l’indentation et de l’insertion. Je remercie de même mes « prédécesseurs », à savoir Mamadou, Pierre-Yves, Brice et Maxime, pour leurs différents travaux de thèse et les nombreuses discussions.

J’ai passé la majeure partie de ma thèse au sein du LCFC et c’est pourquoi je tiens à remercier l’ensemble des mes collègues, et plus particulièrement Estelle, pour son aide, sa disponibilité et sa compréhension. Je n’oublie pas les nombreux débats philosophiques et sportifs lors des pauses café, avec Antoine, Christophe, Denis, Didier, Estelle, Frédéric, Gérard, Marcel, Patrick, Philippe, Pierre, Romain, Pierre-Louis, Vincent... ainsi que les parties de mots croisés ou encore les concours organisés pour les différents événements sportifs, pimentés de graphiques statistiques tracés par Pierre-Louis sous Excel... Un clin d’œil pour mon aîné Marcel, qui m’a appris à réfléchir sur la vraie nature du problème...

Je voudrais remercier de la même manière tous mes collègues de bureaux stagiaires, alternants, thésards ou post-doctorants (Adam, Alexandra, Alexis, Anthony, Daniele, Delphine, Delphine, Florent, Frédéric, Guillaume, Laurent, Linda, Maxime, Miguel, Nizar, Pauline, Thibault, Thomas, Trang, Simon...), qui ont dû me supporter durant ces trois années et avec qui je me suis beaucoup amusé en particulier lors des tournois de football du CEA (j’en profite pour rappeler le nom

## Remerciements

de l'équipe : les X-MEMS)... Une pensée particulière pour Florent avec qui j'ai débuté la thèse et Alexandra, Alexis et Daniele avec qui je l'ai terminée.

Je remercie également toutes les personnes que j'ai croisées durant cette thèse : Hélène et son TiN, les techniciens (et André en particulier) du laboratoire de mécanique du CEA, les membres du laboratoire PS2 (Packaging et Supports Souples) du Centre de Microélectronique de Provence (en particulier les thésards pour leur super accueil lors de mes différentes visites), les équipes du SIMaP (en particulier Charles Josserond pour la machine de compression et Patricia Donnadiou pour les observations TEM), du CNRS-LTM et du DOPT-LPA, le groupe indentation de la SF2M, le GDR Mécano et les étudiants PHELMA que j'ai encadrés lors de projets ABAQUS.

Je souhaite remercier évidemment l'ensemble du corps professoral et administratif de l'Université Grenoble INP, de l'Université Joseph Fourier et de l'Ecole Doctorale I-MEP2, pour toutes ces années d'études à Grenoble. De plus, je remercie le personnel de l'Institut Max-Planck de Düsseldorf pour leur compréhension et pour m'avoir donné la chance de poursuivre en contrat post-doctoral.

Avant de terminer par le plus important des remerciements, je tiens à remercier mes anciens collègues du LTFC et de SOITEC, ainsi que les différents professeurs, qui ont su me donner envie de faire de la recherche et de prolonger mes études jusqu'à faire une thèse et toutes les personnes avec lesquelles j'ai partagé ces 9 dernières années à Grenoble.

Enfin, je remercie du plus profond de mon cœur Sophie, mes parents, Clarisse et Loïc, mon neveu Elias, ma famille et mes belle-familles, ainsi que tous mes amis proches pour un soutien quotidien et pour m'avoir supporté depuis toujours.

## Table des matières

Remerciements .....	7
Table des matières .....	9
Introduction générale .....	13
<b>Chapitre I - Introduction à l'intégration « 3D ».....</b>	<b>15</b>
<i>I.1. L'intégration « 3D » .....</i>	<i>16</i>
<i>I.1. Le report de puce : solution alternative au câblage filaire .....</i>	<i>19</i>
<i>I.2. Le procédé de report de puces avec technologie microinsert .....</i>	<i>21</i>
<i>I.3. Fiabilité des empilements obtenus par microinsertion .....</i>	<i>24</i>
<b>Chapitre II - Etat de l'art des propriétés mécaniques des matériaux et du contact.....</b>	<b>31</b>
<i>II.1. Comportement mécanique des matériaux .....</i>	<i>32</i>
II.1.1 Déformation élastique .....	32
II.1.2 Déformation plastique .....	35
II.1.3 Endommagement du matériau .....	41
<i>II.2. Etude bibliographique du contact mécanique .....</i>	<i>48</i>
II.2.1 Le contact élastique entre deux corps lisses .....	49
II.2.2 Contact élastoplastique entre deux corps lisses .....	54
II.2.3 Contact fragile entre deux corps lisses.....	56
II.2.4 Influence de la friction .....	59
II.2.5 Le contact mécanique entre deux corps rugueux .....	59
<i>II.3. Etude bibliographique du contact électrique.....</i>	<i>61</i>
II.3.1 Notions sur la résistance électrique de contact .....	62
II.3.2 Résistance électrique de constriction .....	62
II.3.3 Influence de la taille des spots de contact .....	64
II.3.4 Résistance électrique d'un contact multi-strictions.....	66
II.3.5 Influence de l'épaisseur du film mince conducteur .....	68
II.3.6 Influence d'un film isolant à l'interface de contact.....	70
<i>II.4. Echauffement des contacts.....</i>	<i>73</i>
II.4.1 Relation de Kohlrausch.....	74
II.4.2 Simplification de la loi de Kohlrausch par la relation de Wiedemann-Franz.....	75
II.4.3 Formation de composés intermétalliques .....	76
<b>Chapitre III - Présentation des outils de caractérisation .....</b>	<b>79</b>
<i>III.1. L'essai d'indentation instrumentée.....</i>	<i>80</i>
III.1.1 Présentation de l'essai d'indentation instrumentée.....	80
III.1.2 Extraction des propriétés élastiques .....	89
III.1.3 Extraction des propriétés plastiques.....	96
<i>III.2. Essai de microinsertion .....</i>	<i>97</i>
III.2.1 Présentation des échantillons .....	97
III.2.2 Insertion purement mécanique d'un plot dans un film mince.....	100
III.2.3 Insertion d'un plot dans un film mince avec mesure électrique .....	104
III.2.4 Résultats déjà obtenus et objectifs .....	111
III.2.5 Objectifs de ce travail de thèse .....	114
<i>III.3. L'essai de compression de barreaux croisés .....</i>	<i>114</i>
III.3.1 Présentation des échantillons .....	115

## Table des matières

III.3.2 Dispositif expérimental .....	116
III.3.3 Protocole expérimental .....	120
III.3.4 Validation du montage expérimental.....	121
<b>Chapitre IV - Comportement mécanique des matériaux de contact .....</b>	<b>125</b>
IV.1. Films minces d'Aluminium .....	126
IV.1.1 Description de l'échantillon et caractérisations préliminaires.....	126
IV.1.2 Caractérisation mécanique de l'Al(Cu).....	131
IV.1.3 Loi d'écrouissage.....	141
IV.2. Microinsert de Nickel.....	147
IV.2.1 Description de l'échantillon et caractérisations préliminaires.....	147
IV.2.2 Caractérisation de la rugosité de surface.....	149
IV.2.3 Caractérisation mécanique du Nickel .....	150
IV.3. Oxyde d'Aluminium .....	155
IV.3.1 Caractérisation de l'oxyde natif d'Aluminium.....	155
IV.3.2 Caractérisation de l'Alumine ALD .....	157
IV.3.3 Etude de la fissuration de l'Alumine ALD .....	168
IV.3.4 Analyse statistique de la fracture .....	174
IV.3.5 Modélisation de la fracture de l'Alumine ALD .....	177
IV.3.6 Phénomène d'extrusion.....	187
<b>Chapitre V - Analyse du contact électrique.....</b>	<b>191</b>
V.1. Etude du contact électrique sans singularité.....	192
V.1.1 Description des échantillons .....	192
V.1.2 Premiers résultats électriques .....	196
V.1.3 Etude de l'influence des paramètres expérimentaux .....	202
V.1.4 Remarques sur le palier à force maximale et l'étape de décharge.....	206
V.1.5 Modélisation analytique du contact sans singularité .....	206
V.2. Etude du contact avec singularité : l'essai de microinsertion.....	209
V.2.1 Essai mécanique de microinsertion avec un plot de Nickel .....	209
V.2.2 Essai de microinsertion avec mesure électrique.....	214
V.3. Modélisation numérique de l'essai de microinsertion .....	227
V.3.1 Approche à l'échelle du plot de Nickel.....	227
V.3.2 Approche à l'échelle d'une rugosité de Nickel.....	232
V.3.3 Scénario de formation du contact électrique .....	235
<b>Conclusion Générale .....</b>	<b>245</b>
<b>Bibliographie .....</b>	<b>247</b>
<b>Liste des communications relatives à cette thèse.....</b>	<b>261</b>
<b>Annexes .....</b>	<b>263</b>







## ***Introduction générale***

En 1975, Gordon Moore, co-fondateur d'Intel énonce une conjecture, devenue aujourd'hui la célèbre « Loi de Moore », selon laquelle le nombre de transistors double sur une puce tous les deux ans environ. Les industriels ont fait de ce postulat empirique sur les semi-conducteurs et la miniaturisation des circuits imprimés, une réalité qui a alimenté la révolution informatique. Or, nous approchons aujourd'hui des limites physiques à l'échelle du CMOS et la poursuite de cette miniaturisation par l'industrie ne peut désormais plus se baser uniquement sur la « Loi de Moore ». Ainsi, la volonté de faire toujours plus petit avec plus de fonctionnalités passe par le principe du « More than Moore », autrement dit l'intégration plus « intelligente » de composants divers au niveau de l'assemblage final. Jusqu'à présent, le redimensionnement géométrique a simultanément permis d'améliorer les performances, et de réduire la consommation énergétique, la taille, et le prix des composants. Mais les limitations auxquelles se heurtent désormais les technologies de la microélectronique dans la course à la réduction de la taille des composants ne permettent plus aujourd'hui de poursuivre dans cette voie. Les technologies « System on Chip » (« SoC ») et « System in Package » (« SiP ») constituent dans ce contexte des solutions prometteuses permettant de contourner ces difficultés.

La solution « SoC » est une technologie où plusieurs fonctionnalités cohabitent sur une même et seule puce, tandis que la solution « SiP » consiste à réaliser diverses fonctions grâce à l'intégration de plusieurs puces interconnectées au sein d'un même boîtier. Cette dernière solution est aussi appelée "intégration hétérogène". La technologie « SiP » a évolué comme une approche alternative au « SoC » pour l'intégration de l'électronique, car elle répond mieux à certains besoins exprimés par le marché. Les puces alors utilisées dans un boîtier « SiP » sont souvent de natures différentes : circuits intégrés standards, capteurs, micro-actionneurs, composants radiofréquences et composants passifs. Elles peuvent être empilées verticalement (intégration « 3D ») ou disposées horizontalement les unes à côté des autres sur un substrat. L'optimisation et la fiabilisation des connexions électriques entre les différentes puces et le substrat sont des éléments-clés de la réussite des technologies « SiP ». Plusieurs techniques d'assemblage sont actuellement disponibles, afin d'améliorer la densité d'interconnexion, les nouvelles techniques d'intégration privilégient la technologie dite de « puce retournée », autrement appelée « flip chip ». Ainsi, le CEA-LETI (Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives - Laboratoire d'Électronique et de Technologies de l'Information) développe depuis 2006, une technologie de report de puces utilisant des réseaux de plots de Nickel, ces derniers étant encore appelés microinserts. Le procédé d'intégration d'une puce sur un substrat est réalisé au cours d'une étape de thermocompression, durant laquelle les plots de Nickel sont insérés dans un film mince d'Aluminium. Cette insertion permet la connexion électrique entre la puce et le substrat et offre aussi un maintien mécanique de l'assemblage final.

La compréhension de la formation du contact mécanique et électrique entre les deux puces est indispensable afin d'être en mesure de proposer des améliorations du procédé d'assemblage. C'est pourquoi, il est primordial d'acquérir une meilleure connaissance des propriétés et des mécanismes de déformation des matériaux mis en jeu. C'est dans cette perspective que s'inscrivent les travaux de thèse présentés dans ce mémoire. Ils sont le fruit d'une collaboration entre le CEA-LETI et le laboratoire SIMaP (Science et Ingénierie des Matériaux et des Procédés) basés tous les deux à Grenoble. Cette thèse s'est déroulée principalement au CEA-LETI, plus précisément au sein du LCFC (Laboratoire de Caractérisation et Fiabilité des Composants). Elle a été financée par l'INSTN (Institut National des Sciences et Techniques Nucléaires) depuis octobre 2009, au travers d'un Contrat de Formation par la Recherche (CFR). Ce travail de recherche pluridisciplinaire a été encadré par Messieurs Vincent Mandrillon, Ingénieur - Chercheur au CEA-LETI, Yves Bréchet (directeur de thèse) et Marc Verdier, Professeurs et Chercheurs à Grenoble INP.

Le travail de thèse exposé dans ce mémoire s'articule autour de cinq chapitres. Le premier chapitre commence par une introduction à l'intégration « 3D » et la technique de report de puce. Le second chapitre est dédié à une étude bibliographique relative au comportement mécanique des matériaux (élasticité, plasticité, rupture...), ainsi qu'au contact mécanique et électrique en régime statique. L'influence de la géométrie du contact et de la nature des surfaces en jeu lors de l'établissement du contact électrique et mécanique font l'objet d'une attention particulière dans la mesure où celles-ci sont déterminantes pour comprendre et interpréter les résultats expérimentaux.

Le troisième chapitre est consacré aux techniques de caractérisation des matériaux et à la présentation des dispositifs expérimentaux développés pour l'étude du contact mécanique et électrique. La première partie présente l'essai d'indentation instrumentée, et décrit les principaux modèles d'extraction des propriétés mécaniques. L'étude en conditions réelles d'un dispositif complet intégrant un contact électrique se révélant compliquée, il est pertinent de développer et d'utiliser un véhicule-test : celui-ci permet d'identifier les influences respectives de chacun des différents paramètres en jeu (force appliquée, intensité électrique imposée...) lors de l'établissement d'un contact électrique reproduisant à l'identique celui utilisé en conditions réelles (dimensions et matériaux). Deux approches expérimentales sont alors envisagées. La première approche consiste à étudier l'influence de la force appliquée sur l'établissement du contact entre un microinsert unique de Nickel et un film mince d'Aluminium. Pour cela, l'adaptation d'un nanoindenteur suivie d'une longue étape de mise au point ont été nécessaires. Une fois rendu disponible, le montage expérimental ainsi réalisé permet de réaliser des contacts mécaniques et électriques unitaires à température ambiante reproduisant les étapes de thermo-compression effectuées en procédé « flip chip ». La seconde approche se consacre, quant à elle, à l'étude d'un contact sans singularité, mettant en œuvre des barreaux cylindriques croisés. Le dispositif expérimental est dans ce cas intégré au sein d'un équipement de compression, afin d'étudier la formation du contact électrique en fonction de la force appliquée ou de la vitesse de charge. Pour chacune des deux approches, le dimensionnement et la validation des montages, ainsi que les protocoles expérimentaux mis au point pour étudier l'établissement du contact sont détaillés.

Dans le quatrième chapitre, les résultats de caractérisations mécaniques obtenus sur les matériaux de contact sont présentés. Les résultats sont analysés et confrontés à des modélisations analytiques et des simulations en éléments finis, afin de valider les propriétés mécaniques obtenues et de déduire les lois de comportement de chaque matériau. Le cinquième chapitre concerne l'analyse du contact mécanique et l'étude de l'établissement du contact électrique pour les deux approches expérimentales décrites dans le chapitre trois. Les résultats expérimentaux sont analysés, puis confrontés à des modélisations analytiques et des simulations numériques. Connaissant alors les propriétés mécaniques des matériaux mis en jeu, obtenus dans le quatrième chapitre, il est possible de proposer un scénario expliquant comment s'établit le contact électrique lors de l'insertion du plot de Nickel dans le film mince d'Aluminium.

En conclusion, un bilan de l'ensemble de ces travaux de thèse est dressé, suivi d'une synthèse des enseignements tirés. Le document se conclut sur la bibliographie utilisée pour la rédaction de ce manuscrit, sur une liste exhaustive des publications et communications relatives à ce travail de thèse, et sur des compléments d'informations et les perspectives ouvertes par cette étude aux travers d'annexes.

## ***Chapitre I - Introduction à l'intégration « 3D »***

### **Introduction**

Ce travail de thèse s'inscrit dans la continuité de la thèse de doctorat soutenue par Mamadou DIOP en 2009 [\[DIOP 2009\]](#) et constitue ainsi une contribution à l'étude du contact mécanique et électrique en régime statique réalisé lors de l'assemblage d'une puce sur un substrat.

Ce premier chapitre est consacré à un état de l'art sur les principales technologies d'intégration tridimensionnelle utilisées en microélectronique, puis à la présentation détaillée du procédé de report de puces par microinsertion élaboré par le CEA-LETI. Cette technologie repose sur la compression d'un microinsert en Nickel dans un film mince d'Al(Cu) (alliage d'Aluminium et de Cuivre, avec 0,5% en poids de Cuivre), en présence d'un oxyde natif d'Aluminium ( $Al_2O_3$ ) à l'interface de contact. Ainsi, à partir d'une étude bibliographique sur la fiabilité des contacts réalisés, la problématique et les principaux objectifs de la thèse sont définis.

### **I.1. L'intégration « 3D »**

La première Loi de Moore a été exprimée en 1965 par Gordon Moore, un des trois fondateurs d'Intel [\[MOORE 1965\]](#). Après avoir constaté que la complexité des semi-conducteurs proposés en entrée de gamme doublait tous les ans à coût constant depuis 1959 (cf. Figure I-1), il postulait une poursuite exponentielle de cette croissance. Moore réévalua sa prédiction en 1975, en posant que le nombre de transistors des microprocesseurs (et non plus de simples circuits intégrés moins complexes car formés de composants indépendants) sur une puce de Silicium double tous les deux ans. Les industriels ont fait de ce postulat empirique sur les semi-conducteurs et la miniaturisation des circuits imprimés, une réalité qui a alimenté la révolution informatique. En conséquence, les machines électroniques sont devenues de moins en moins coûteuses et de plus en plus puissantes. Or, approchant des limites physiques à l'échelle du transistor (confinement quantique, distances de diffusion, efficacité des barrières, capacité des procédés de dépôt et d'implantation...), la poursuite de cette miniaturisation par l'industrie ne peut plus désormais se baser uniquement aujourd'hui sur le redimensionnement purement géométrique des systèmes.

Ainsi, les industriels contraints par ces limitations ont dû imaginer la microélectronique différemment, se projeter au-delà des contraintes imposées par la loi de Moore et imaginer de nouveaux « standards » pour assembler des circuits. Deux approches se distinguent aujourd'hui. La voie dite « More Moore » [\[ITRS 2009\]](#) ou « comment intégrer sur une même surface de Silicium le maximum de fonctions digitales<sup>1</sup> issues d'une même technologie en gardant comme objectif principal de poursuivre l'augmentation de la densité d'intégration ? » constitue la première approche. A titre d'exemple, l'intégration de composants sur puces (encore appelé « System on Chip » ou « SoC ») entrent dans cette catégorie. La deuxième voie dite « More Than Moore » [\[ITRS 2009\]](#), ou consistant à assembler des composants non digitaux<sup>2</sup> à fort degré d'hétérogénéité issus de différentes technologies, se distingue par l'utilisation de systèmes assemblés en boîtiers (autrement appelés « System in Package » ou « SiP »).

Ces deux voies parallèles regroupent un vaste ensemble de technologies et procédés qui font l'objet d'études de la part de tous les acteurs de la microélectronique. Parmi les procédés à l'étude figure l'intégration « 3D » [\[ITRS 2009\]](#), c'est-à-dire la conception de puces au sein desquelles les composants sont empilés et interconnectés électriquement et non plus seulement mis côte à côte. Cette voie laisse envisager des systèmes complexes plus performants, moins encombrants, plus

---

<sup>1</sup> Par exemple, les fonctions logiques ou la mémoire.

<sup>2</sup> Par exemple, les fonctions radiofréquence ou puissance, les composants passifs ou encore les microsystèmes (capteurs, actionneurs...).

économiques en énergie, et surtout moins coûteux une fois les procédés d'industrialisation maîtrisés. La Figure I-2 place l'intégration « 3D » à la frontière des technologies « SoC » et « SiP », faisant ainsi des puces « 3D » des composants à forte valeur ajoutée et à coût réduit.

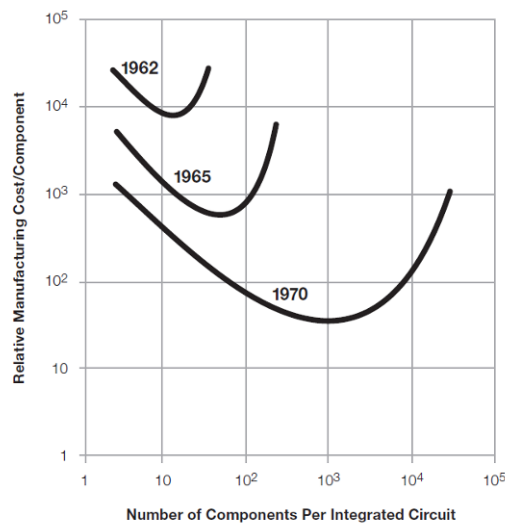


Figure I-1 - Première loi de Moore postulée en 1965 [MOORE 1965].

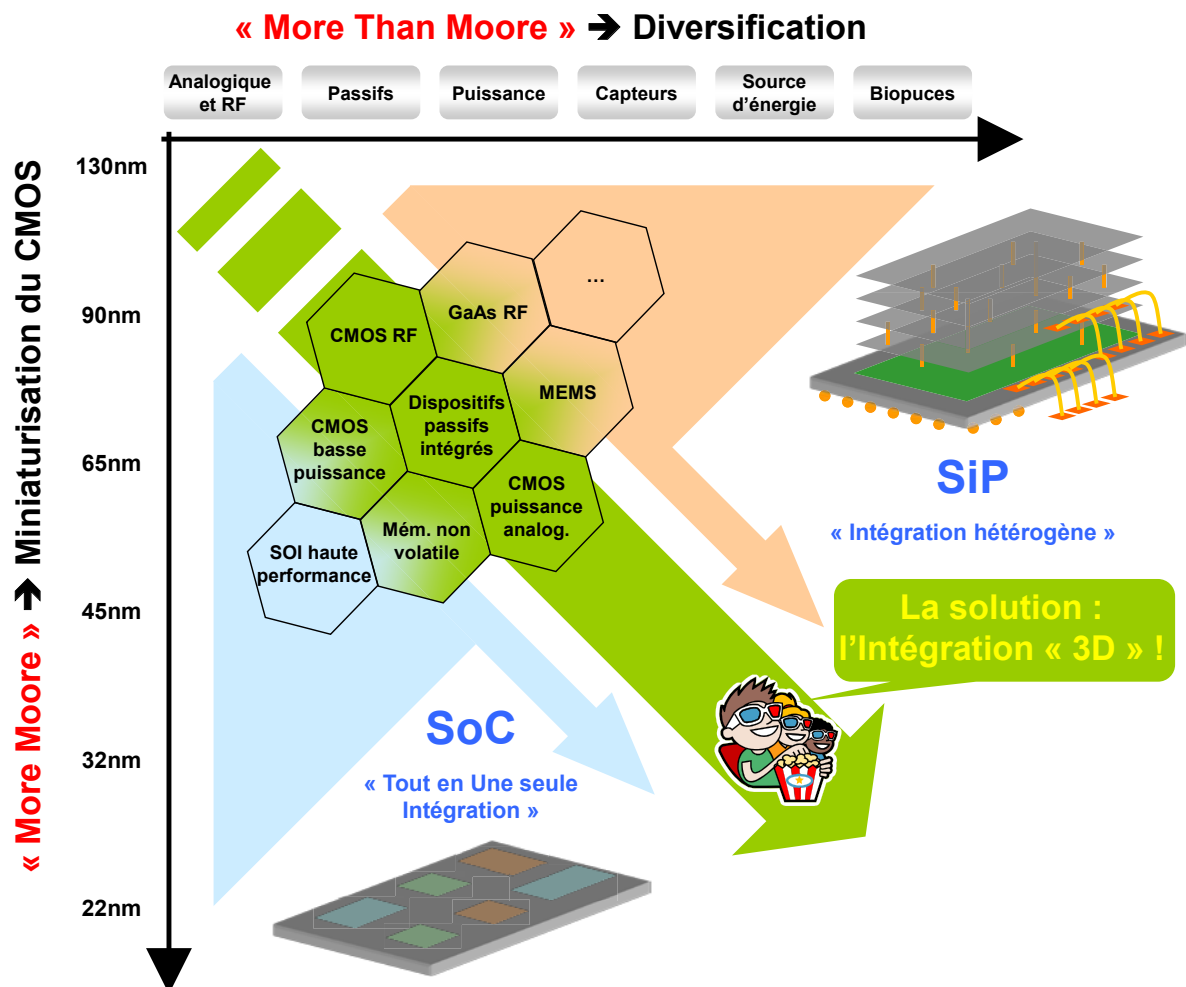


Figure I-2 - L'intégration « 3D », à la frontière du « More Moore » et du « More Than Moore ».

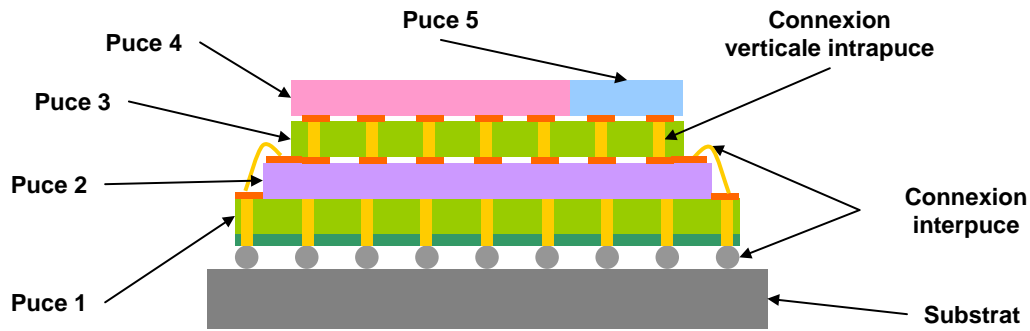


Figure I-3 – Exemple d'intégration « 3D » avec un empilement de cinq strates.

Toute la puissance de l'intégration « 3D » se résume donc à cette architecture tridimensionnelle attractive permettant le rapprochement des puces et ainsi la diminution de la longueur totale des connexions électriques. Cette réponse technologique offre une solution aux problèmes de transmission du signal, de consommation et dissipation de puissance [\[BANERJEE 2001\]](#).

Historiquement, l'intégration « 3D » est née de la rencontre de deux mondes bien distincts : celui de l'assemblage (avec l'empilement de puces) et celui des interconnexions verticales (avec les vias traversantes ou « TSV<sup>3</sup> ») (cf. Figure I-3).

Le savoir-faire relatif à l'« empilement » des puces est issu des de l'expérience acquise sur les techniques de mises en boîtiers (assemblage ou « packaging » en anglais) mis en œuvre, par exemple, pour les architectures de puces tridimensionnelles. Les deux technologies standards utilisées pour la connexion électrique dans les empilements de puces sont le câblage filaire (encore appelé en anglais « wire bonding ») et le report de puces (encore appelé en anglais « flip chip ») (cf. Figure I-5) [\[ITRS 2009\]](#).

Dans le cas du câblage filaire (cf. Figure I-5), deux technologies sont principalement utilisées : le câblage ultrasonique (ou « wedge bonding » en anglais) et la thermocompression (ou « ball bonding » en anglais). Dans le cas du câblage ultrasonique, le fil est guidé vers le plot puis pressé à faible température par un outil permettant de transmettre des vibrations ultrasoniques. Concernant la thermocompression, le fil à souder est pressé à température élevée sur un plot (ou pad) métallique de connexion, à la surface de la puce.

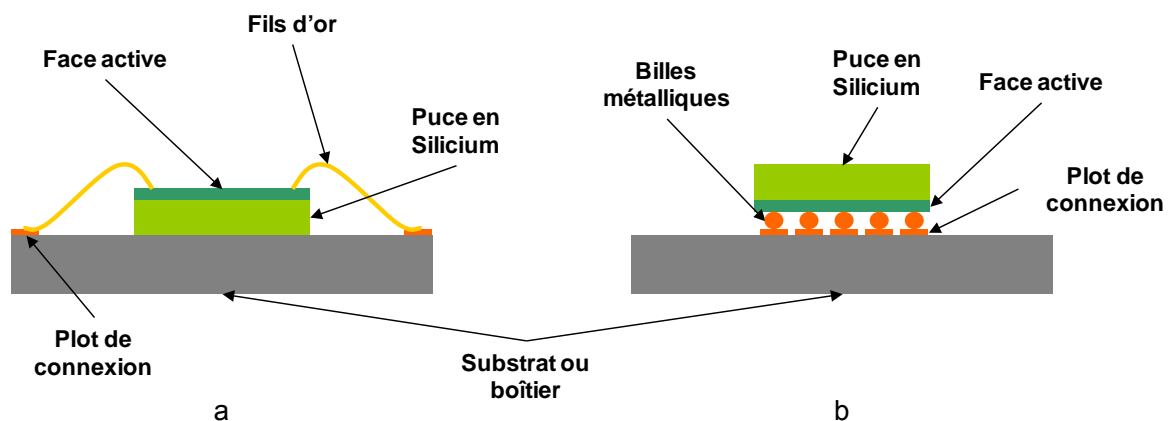
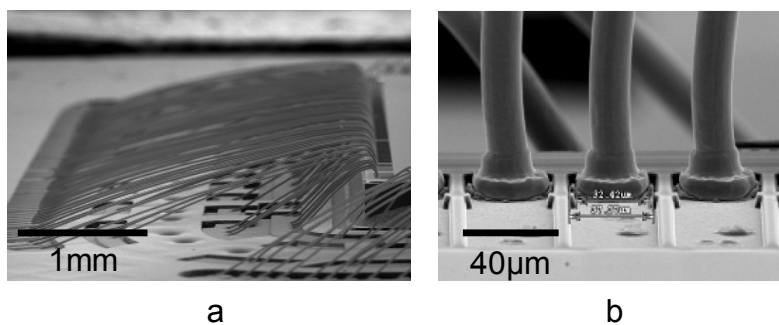


Figure I-4 – Schématisation de puce connectée au boîtier par :  
a) câblage filaire et b) par report de puce (vues en coupe).

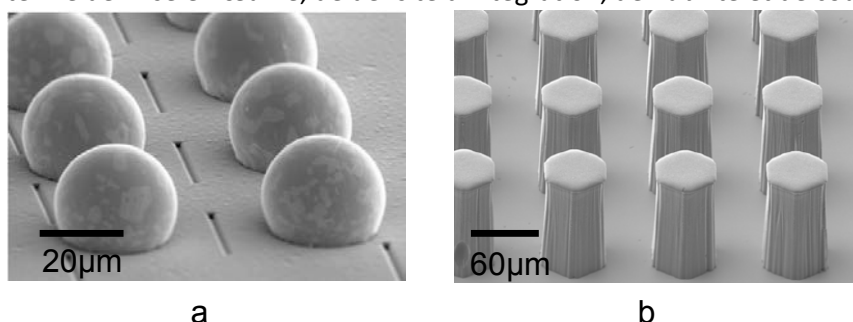
<sup>3</sup> TSV pour Through Silicon Via



**Figure I-5 – Observations MEB<sup>4</sup> d'exemples d'empilement réalisés par câblage filaire (fils de Cu de diamètre 18µm) [ITRS 2009].**

Pour les empilements utilisant la technologie de report de puce (cf. Figure I-6), la face active de la puce est directement connectée sur une autre puce ou un substrat à l'aide de dispositifs verticaux. Traditionnellement, les dispositifs utilisés sont des réseaux de billes métalliques (encore appelés BGA pour « ball grid array » ou « micro-bump ») constitués d'alliages binaire ou ternaire à faible température de fusion (ex. : SnAg), ou de réseaux de plots (appelés usuellement « pillar-bump »).

Pour résumer, la connexion électrique au sein d'empilements peut être réalisée soit par technologie de câblage filaire, soit par technologie de report de puce. Naturellement, le choix du procédé à utiliser n'est pas simple et est le plus souvent dicté par la nature des puces à empiler et par application finale. Afin d'apporter des éléments de réponse, les deux technologies sont comparées en terme de mise en œuvre, de densité d'intégration, de fiabilité et de coût.



**Figure I-6 – Observations MEB de technologies de connexion pour le report de puces : a) réseau de billes métalliques SnAg (diamètre 20µm) et b) de plots de Cuivre (hauteur 80µm) [ITRS 2009].**

### I.1. Le report de puce : solution alternative au câblage filaire

Le câblage filaire est aujourd'hui la technique la plus largement utilisée pour relier la puce de Silicium au monde extérieur du fait de sa simplicité de mise en œuvre, de sa fiabilité et de son faible coût. Ce type de connexion permet d'empiler les puces sur de nombreux niveaux offrant ainsi un gain de place considérable. Cependant, cette technologie présente de nombreux défauts. En premier lieu, les plots de connexions, usuellement appelés « I/O » ou « entrées/sorties », ne peuvent être réalisées qu'en périphérie des puces, ce qui encombre voire limite la taille du circuit intégré (cf. Figure I-7).

C'est pourquoi le report de puce, qui consiste à connecter la face active d'une puce directement sur le substrat, et qui permet de s'affranchir de la présence des traditionnels fils d'Or ou

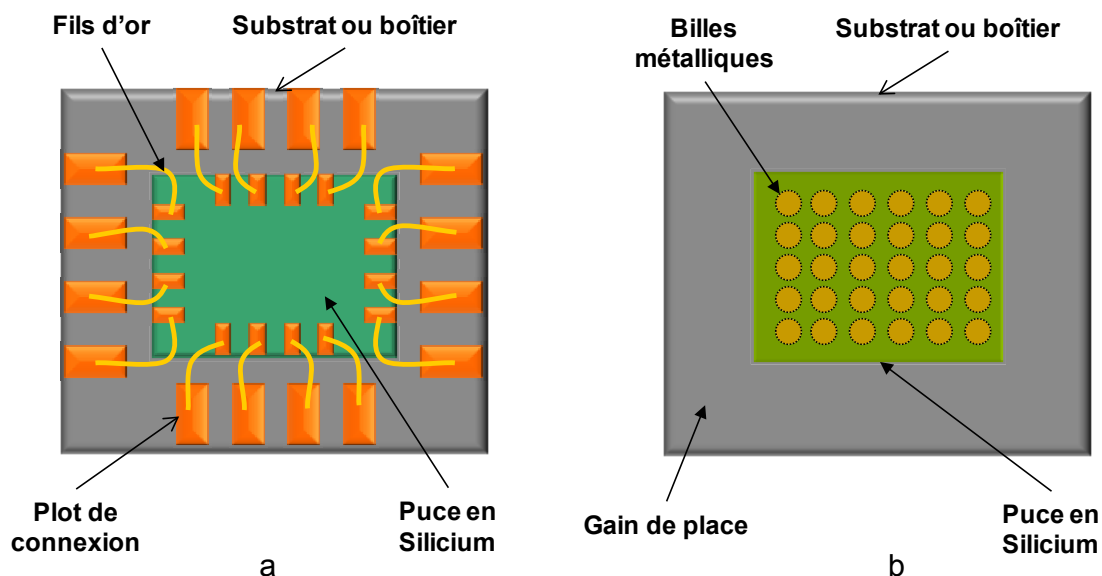
<sup>4</sup> MEB : Microscope Electronique à Balayage



de Cuivre, semble constituer une solution alternative prometteuse. Cette technique permet un gain de place très significatif, dû non seulement à la suppression des fils de connexion, mais également à l'augmentation considérable du nombre de plots de connexion. L'objectif étant de conserver une distance minimale entre puces voisines afin de minimiser l'encombrement des circuits et d'accroître ainsi la densité d'intégration, le procédé de report de puce est un candidat idéal.

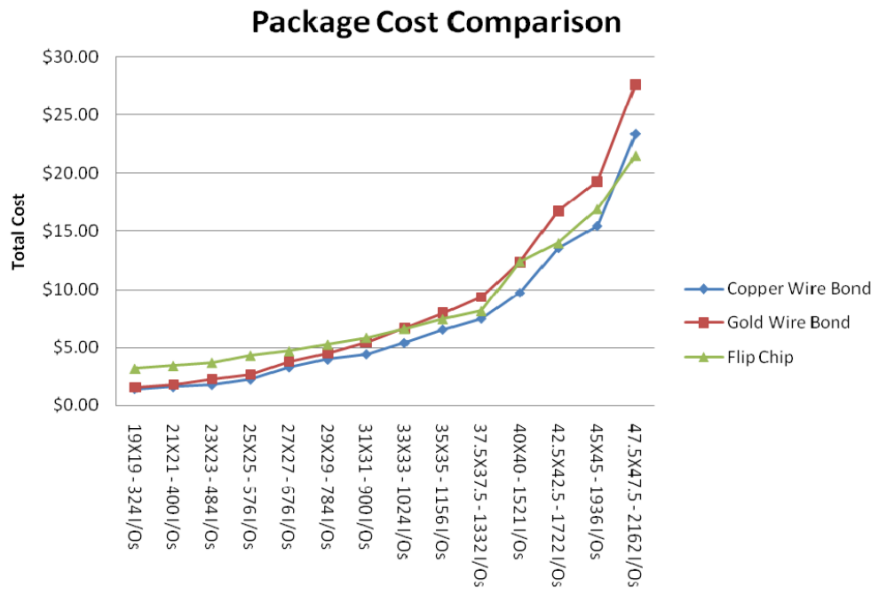
Outre le fait de résoudre les difficultés de gestion de l'espace induites par le câblage filaire, le procédé de report de puce permet de surcroît de s'affranchir des effets parasites observés à haute fréquence dans les fils de connexion électrique [LIN 2007] [KUAN CHUNG 2010], et d'offrir un meilleur comportement en dissipation thermique que celui offert par la technologie « SiP » [JOSHI 2004].

Concernant le coût total de chaque procédé, une étude [PALESKO 2010] a montré une dépendance en fonction de la taille du boîtier et du nombre de connexions électriques (« I/O ») (cf. Figure I-8). Pour des tailles de boîtiers supérieures à 45x45mm et un nombre de connexions supérieur à 1936 « I/Os », la technologie « flip chip » est plus rentable que la technologie « wire bonding ». Il est important de noter par ailleurs l'influence de la nature du matériau utilisé (Cuivre ou or) sur l'évolution de ce coût total pour la technologie filaire. De plus, étant donné le niveau de miniaturisation atteint aujourd'hui par les technologies sur Silicium (nœud technologique de 45nm voire moins pour le CMOS<sup>5</sup>), la connexion filaire devra être réduite à un diamètre d'environ 20µm. Ainsi, selon l'ITRS, les efforts en terme d'investissement fournis pour atteindre de tels objectifs finiront par atteindre leurs limites pratiques [ITRS 2009].



**Figure I-7 - Schématisation des technologies d'empilement (vues de dessus) :  
a) câblage filaire et b) report de puce (gain de place mis en évidence).**

<sup>5</sup> La technologie CMOS, ou Complementary Metal Oxide Semiconductor, est une technologie de fabrication de composants électroniques et, par extension, l'ensemble des composants fabriqués selon cette technologie.



**Figure I-8 – Evolution du coût total de chaque procédé en fonction de la taille du boîtier (en mm) et du nombre de connexions électriques (« I/Os ») [PALESKO 2010].**

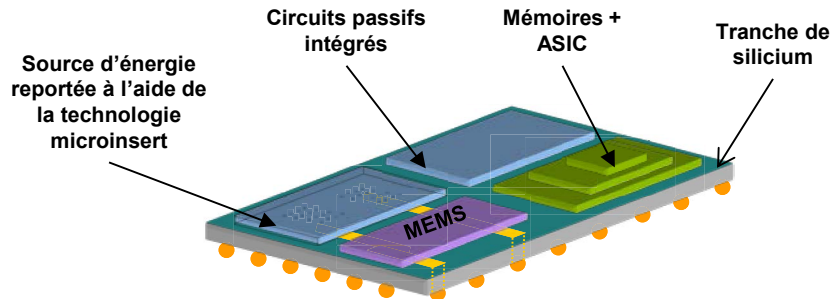
Pour conclure sur cette étude comparative entre les deux procédés, un bilan est dressé (cf. Tableau I-1), ce qui permet de confirmer la montée en puissance du procédé par report de puce. Le « flip chip » semble donc être la solution technologique la plus appropriée à long terme pour réaliser des empilements de puces en intégration « 3D »

	<i><b>Câblage filaire</b></i>	<i><b>Report de puce</b></i>
Performances électriques	Mauvaises	Bonnes
Performances à haute fréquence	Mauvaises	Bonnes
Dissipation thermique	Mauvaise	Bonne
Densité d'intégration	Faible (limitée par la taille des plots de connexion)	Elevée
Intégration hétérogène	Oui (« 2D » ou « 3D »)	Oui (« 2D »)
Coût actuel pour les boîtiers de taille inférieure à 45x45mm	Moins élevé (quel que soit le matériau de connexion utilisé)	Plus élevé
Coût actuel pour les boîtiers de taille supérieure à 45x45mm	Plus élevé	Moins élevé
Coût à long terme	Elevé (peu rentable)	Moyen
Limite physique technologique	Proche	Lointaine

**Tableau I-1 - Avantages et limitations respectifs du câblage filaire et du report de puce.**

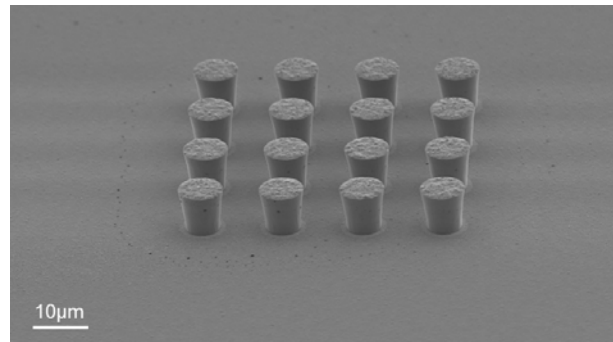
## I.2. Le procédé de report de puces avec technologie microinsert

Dans le cadre de l'intégration « 3D », le CEA-LETI a développé une technologie de système sur tranche (« System on Wafer » ou « SoW »), utilisant un procédé de report de puces [POUPON 2009] [SOURIAU 2011]. Il s'agit d'une approche puce sur tranche (« Die to Wafer » ou « D2W »), permettant l'empilement de composants hétérogènes. Chaque composant est obtenu à l'aide des technologies standards de la microélectronique sur la même surface de Silicium, puis ces composants sont ensuite découpés et montés un par un sur une tranche de Silicium (cf. Figure I-9). Le procédé de report de puce fait appel à une technologie « microinsert » développée initialement pour les cartes à puces [BRUN 2005], [MATHWESON 2006] et [MATHWESON 2007].



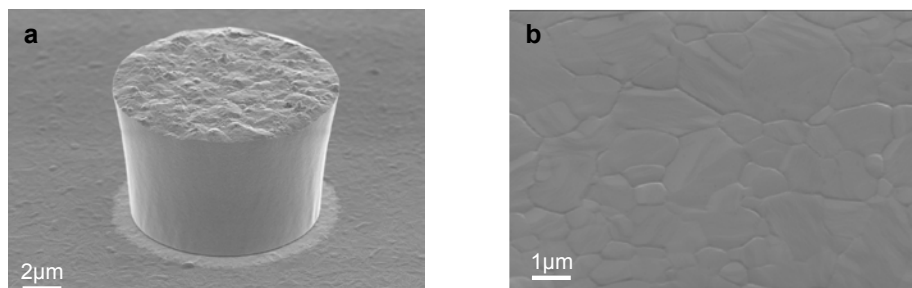
**Figure I-9 – Technologie « SoW » développée par le CEA-LETI avec utilisation du procédé de report de puces avec technologie « microinsert »** [\[POUPON 2009\]](#).

Cette technologie propose le remplacement des traditionnels « bumps » (cf. Figure I-6) par des réseaux de micro-cylindres métalliques, de quelques microns de hauteur et de diamètre (cf. Figure I-10). Ces cylindres micrométriques sont aussi appelés (micro)inserts. Ils sont réalisés localement sur les plots de connexion du substrat récepteur, sous la forme de réseaux 4x4 de microinserts espacés régulièrement de quelques microns. Traditionnellement, les inserts sont en Nickel et élaborés à l'aide de la technique de dépôt électrolytique ou ECD<sup>6</sup>.



**Figure I-10 – Observation MEB d'un réseau 4x4 de microinserts en Nickel déposés par ECD, de diamètre 5µm.**

L'utilisation des microinserts (cf. Figure I-11-a) permet d'augmenter la densité d'intégration par rapport aux « bumps ». En effet, des microinserts d'un diamètre de l'ordre de 2µm peuvent être fabriqués, alors que les plus petits « bumps » utilisés actuellement ont des diamètres de l'ordre d'une vingtaine de micromètres [\[ITRS 2009\]](#). Actuellement, une puce à hybrider présente 250x32 matrices de 16 microinserts (avec des diamètres allant de 2 à 12µm). Par ailleurs, la puce à empiler faisant face aux réseaux de microinserts à la surface du substrat récepteur (tranche de Silicium), présente des plots encore appelés pads de connexion réalisés en Al(Cu) (cf. Figure I-11-b).



**Figure I-11 – Observations MEB a) d'un microinsert en Ni de diamètre 12µm et b) d'un plot de connexion en Al(Cu).**

<sup>6</sup> ECD pour Electro-Chemical Deposition

Le procédé permettant de réaliser à la fois un maintien mécanique et la connexion électrique entre la puce et le substrat de Silicium à l'aide de microinserts est appelé microinsertion. Ce procédé d'assemblage par microinsertion se déroule en trois étapes successives (cf. Figure I-12) :

① L'empilement :

- une colle « époxy<sup>7</sup> » thermodurcissable est déposée en croix sur le substrat pour chaque puce ;
- les puces sont ensuite reportées une par une par alignement optique à l'aide d'un bras mécanique ;
- une pression d'environ  $0,6\text{N.mm}^{-2}$  soit  $0,6\text{MPa}$  est appliquée sur chaque puce afin de la maintenir en position pour l'étape suivante ;

② La thermocompression :

- une force de plusieurs N est appliquée sur chaque puce (soit quelques kN par plaque de Silicium), afin d'atteindre une pression de  $3,2\text{GPa}$  par microinsert ;
- la colle est réticulée par chauffage tout en maintenant la force ;

③ La découpe :

- après retrait de la force et retour à température ambiante, l'assemblage est finalement découpé pour obtenir des produits finaux individuels.

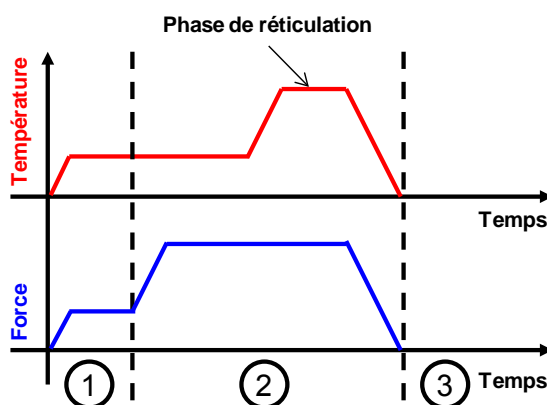
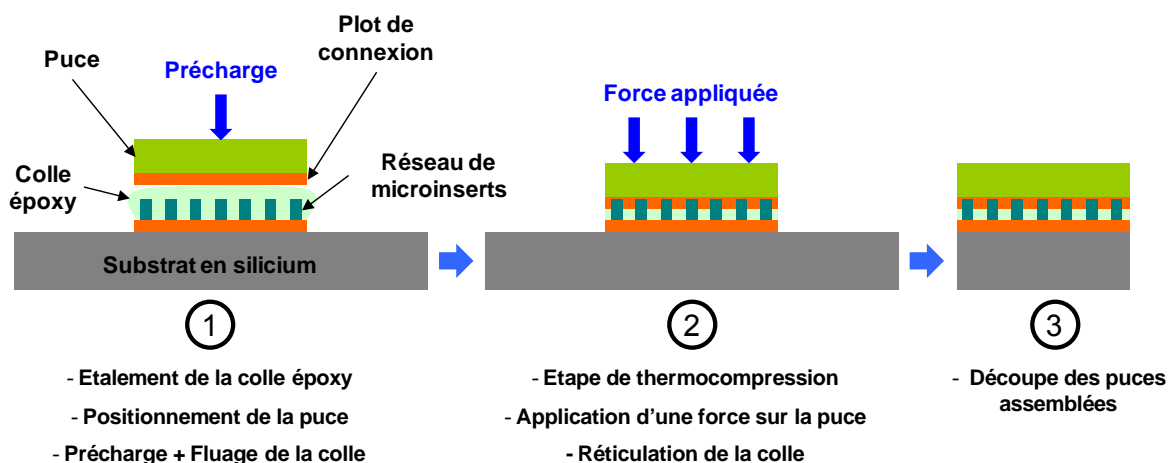
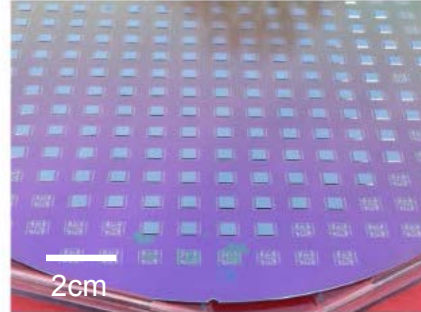


Figure I-12 – Principe du report de puces par thermocompression.

Il est important de noter que le procédé se fait entièrement à une température de  $60^{\circ}\text{C}$  afin de laisser le temps aux matériaux et à la colle de fluer, sauf pour la phase de réticulation durant l'étape de thermocompression, laquelle nécessite un palier de plusieurs minutes à une température supérieure à la température de réticulation de la colle « époxy » (*i.e.*  $120^{\circ}\text{C}$ ). Un exemple d'empilement de puces sur un substrat Silicium de diamètre  $200\text{mm}$  est présenté Figure I-13 avant

<sup>7</sup> La colle « époxy » ou époxyde est composée de deux éléments : la résine et le durcisseur. Quand le mélange est parfaitement dosé, la polymérisation rend le matériau durci relativement stable et neutre.

l'étape de découpe. La force à appliquer durant l'étape de thermocompression est calculée pour atteindre le régime élastoplastique du microinsert de Nickel, d'après les résultats obtenus dans la thèse de [\[DIOP 2009\]](#). Ces travaux ont montré que pour différents diamètres de microinserts, le seuil d'écrasement (déformation plastique) du Nickel est bien proportionnel à la section du plot. Il a évalué expérimentalement que l'écrasement d'un plot de Nickel de 6 $\mu$ m de diamètre, à température ambiante, débutait à partir de 46mN, soit 32mN pour un microinsert de 5 $\mu$ m de diamètre.



**Figure I-13 – Exemple d'empilements de puces sur substrat Silicium de diamètre 200mm réalisés par microinsertion [\[MATHWESON 2007\]](#).**

Les valeurs de densité de courant dans un microinsert ou les valeurs de tensions appliquées aux bornes de contacts réalisés par technologie microinsert, peuvent être très différentes selon le domaine d'application de la puce à reporter sur le substrat. Ainsi, la géométrie du microinsert (taille, diamètre...), l'épaisseur du pad de connexion ou encore le nombre de microinserts, sont autant de variables que l'on modifie en fonction des besoins électriques des composants à la surface de la puce [\[ITRS 2009\]](#).

En résumé, le procédé de report de puces par microinsertion permet de réaliser une connexion électrique entre une puce et un substrat, tout en offrant un maintien mécanique de l'empilement complet. Cette technologie repose sur la mise en contact d'un réseau de microinserts en Ni avec un plot de connexion en Al(Cu). La maîtrise de ce procédé permet d'obtenir des contacts (mécaniques et électriques) présentant de bonnes qualités. Cependant, différents types de défaillances de ce type d'empilement ont été mis en évidence. Le paragraphe suivant traite de la fiabilité des contacts réalisés par microinsertion.

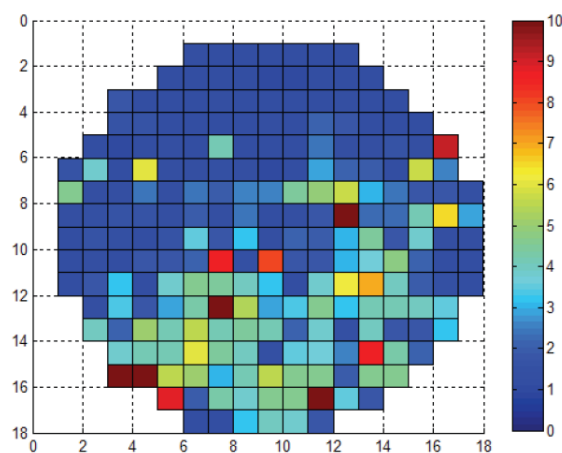
### **I.3. Fiabilité des empilements obtenus par microinsertion**

La fiabilité est une mesure de la probabilité pour qu'un composant remplisse une fonction donnée sans défaillance pendant un temps donné dans des conditions d'emploi et d'environnement données. Lors de l'étape de conception du composant, il est nécessaire de pouvoir prévoir sa fiabilité. La durée de vie d'un composant fabriqué peut quant à elle être évaluée à partir d'études statistiques effectuées sur un grand nombre d'échantillons, en leurs faisant subir par exemple, des tests de vieillissement accélérés.

Il est généralement admis que plus de 65% des défaillances des composants électroniques sont dues à des problèmes thermomécaniques [\[ZHANG 2001\]](#), du fait d'un manque de connaissances académiques et industrielles, relatives au comportement des nouvelles structures et des nouveaux matériaux. La fiabilité thermomécanique constitue dans ce contexte l'une des principales questions à explorer. Notons que ce type de défaillance est le résultat d'une élévation des contraintes et des déformations sous l'effet de chargements thermiques et de la dissipation thermique interne du substrat [\[BARNAT 2011\]](#).

Les empilements de puces sur substrats sont composés de plusieurs couches minces de matériaux, lesquelles ont des coefficients de dilatation thermique («CDT») différents. Sous l'effet d'un chargement thermique, les contraintes dans les matériaux augmentent à cause de la disparité des «CDT», ce qui entraîne des déformations et donc une dégradation du contact [OHRING 1998]. Prenons l'exemple, d'un empilement réalisé par report de puces à l'aide d'un réseau de billes métalliques SnAg. Il existe dans ce type d'empilement une forte disparité dans les valeurs de «CDT» (substrat en Si : 2,5ppm/K, billes en SnAg : 18-22ppm/K et pistes en Cu : 17ppm/K), laquelle entraîne d'importantes forces de cisaillement sur les billes métalliques. A long terme, le contact électrique entre les billes de SnAg et les pistes métalliques en Cu est dégradé par un mécanisme d'usure par fatigue, dû à la répétition progressive de ce cisaillement. Ceci est une source importante d'apparition de défaillances dans les connexions réalisées par brasure. Mais la différence de «CDT» peut aussi induire des contraintes résiduelles lors des étapes de dépôts. Ainsi, des contraintes de traction apparaissent dans les films minces d'Al(Cu), entraînant la création de trous [KANG 1999]. Il est important de noter que les mécanismes de croissance de ces trous sont différents de ceux à l'origine des trous créés, par exemple, sous l'influence des phénomènes d'électromigration. De plus, d'autres défaillances résultant de contraintes thermomécaniques peuvent aussi apparaître dans ces types d'empilements, comme la délamination, ou encore la rupture de la puce de Silicium [EVANS 1994]. Enfin, ces défaillances thermomécaniques affectent directement la durée de vie du contact réalisé entre le microinsert de Nickel et le film d'Aluminium.

Dans notre cas, de nombreuses caractérisations ont été effectuées sur des empilements réalisés par microinsertion [MATHWESON 2007], [BOUTRY 2008], [BOUTRY 2009] & [NOWODZINSKI 2012], afin de localiser les défaillances et de déterminer leurs mécanismes d'apparition. La méthode de caractérisation la plus largement utilisée pour déterminer la qualité des contacts est la mesure de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ). L'évolution de cette grandeur est suivie en l'occurrence lors de tests de vieillissement servant à accélérer les mécanismes de défaillances. Ces tests sont censés refléter les conditions réelles d'utilisation du composant, et ainsi permettre d'étudier l'influence respective de divers paramètres, tels que le temps, l'intensité du courant, le nombre de cycle en tension, la température ou encore le taux d'humidité... [ZHANG 2003] [ALI 2005], [YU 2007], [KIM 2008]. Notons que les caractéristiques (*i.e.* plage de valeurs, nombre de cycles, durée ...) des paramètres étudiés sont fixées par les normes internationales JEDEC<sup>8</sup>.



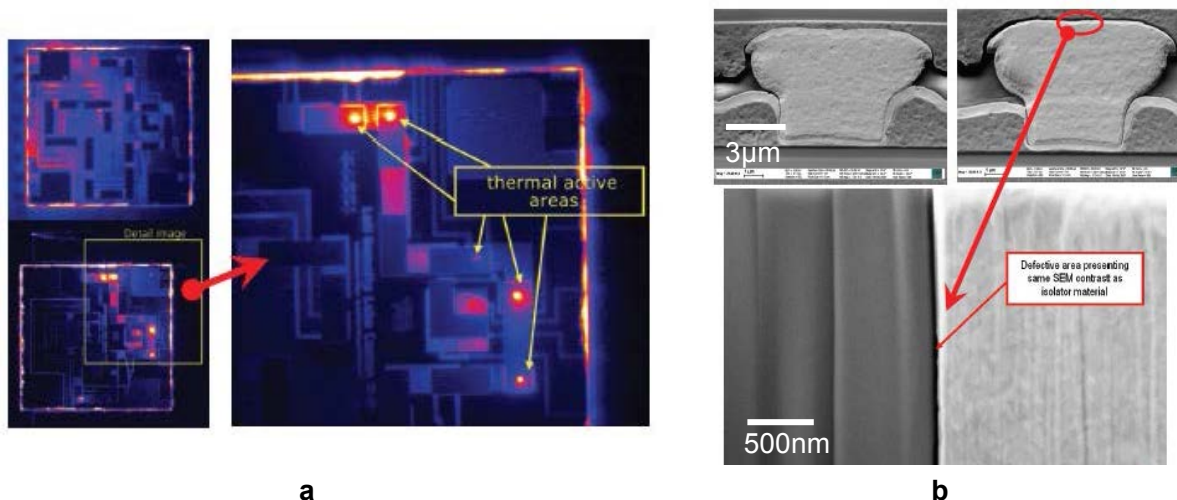
**Figure I-14 - Distribution des  $R_{EC}$  (en ohms) mesurées dans le cas d'un assemblage utilisant un procédé de microinsertion non optimisé [BOUTRY 2009].**

<sup>8</sup> JEDEC: Joint Electron Device Engineering Council est une organisation de standardisation des semi-conducteurs qui fait partie de l'Electronic Industries Alliance (EIA), créée en 1960 pour la normalisation des composants discrets, ensuite étendue en 1970 aux circuits intégrés. <http://www.jedec.org/>



Prenons par exemple, l'étude réalisée par [BOUTRY 2009], sur un ensemble de puces reportées sur un substrat de Silicium (diamètre 200mm) par microinsertion, dont l'assemblage final est identique à celui présenté Figure I-13. Chaque puce montée sur le substrat possède un motif de test électrique identique (*i.e.* chaîne métallique continue de 32 contacts). La distribution des  $R_{EC}$  sur l'ensemble des puces, dans le cas d'un assemblage utilisant un procédé de microinsertion non optimisé, est donnée Figure I-14.

Une répartition non uniforme des valeurs mesurées des  $R_{EC}$  apparaît très clairement. Parallèlement, plus une résistance électrique est élevée, et plus la chaîne de contact présente des défaillances (mauvais contact électrique). Ce problème peut provenir de l'étape de thermocompression, avec par exemple une mauvaise uniformité de la pression, ou encore une inhomogénéité de l'épaisseur de la colle « époxy ». Une fois les puces défaillantes identifiées, des caractérisations complémentaires sont effectuées dans le but de déterminer localement les contacts à l'origine de ces élévations anormales de  $R_{EC}$ . Dans le cas de l'étude réalisée par [BOUTRY 2009], des observations obtenues par thermographie à détection synchrone (« TDS ») en amplitude permettent l'identification de « points chauds », correspondant aux contacts défaillants (cf. Figure I-15-a). Une gravure ionique réalisée à l'aide d'un FIB<sup>9</sup> permet alors de révéler ces contacts, afin de les observer au MEB sur la tranche (cf. Figure I-15-b).

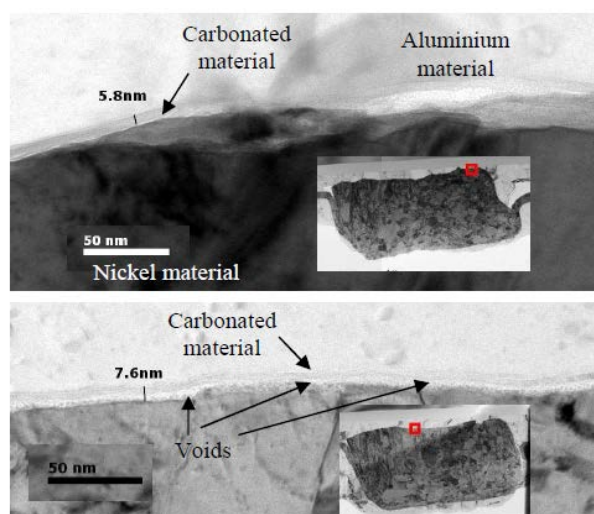


**Figure I-15 - a) Vues du dessus des zones défaillantes obtenues par TDS et b) Vues en coupe obtenues par FIB-MEB des zones actives en TDS [BOUTRY 2009].**

Les observations MEB permettent, par comparaison avec un contact non défaillant, de mettre en évidence la présence d'une interface isolante entre le microinsert de Ni et le film mince d'Al(Cu). Les auteurs de cette étude émettent l'hypothèse de la présence d'un matériau isolant à l'interface de contact (bulles de gaz, oxyde, résidus de colle « époxy », contamination organique de surface, composés intermétalliques...). Dans le but de confirmer cette hypothèse, une étude récente a été menée sur ce type d'assemblage [NOWODZINSKI 2012]. Des observations sur la tranche de contacts défaillants et non défaillants ont été réalisées à l'aide d'un microscope électronique en transmission (MET) (cf. Figure I-16). La présence d'un composé carboné (vraisemblablement des résidus de colle « époxy » ou de la contamination organique de surface) a été confirmée pour les deux types de contacts. Cependant, l'apparition de trous dans le cas du contact défectueux, attribuée à un début de délamination, semble être à l'origine de la défaillance (élévation non négligeable de la  $R_{EC}$ ). Notons qu'en ce qui concerne la caractérisation de la tenue mécanique de la puce sur le

<sup>9</sup> FIB : Focused Ion Beam ou Sonde Ionique Focalisée en français

substrat, des essais de cisaillement sont par exemple envisageables. Mais dans le cadre de la thèse, l'étude se limite au contact mécanique et au contact électrique à l'échelle d'un seul microinsert.



**Figure I-16 – Observations MET, avec en haut, un microinsert non défailant et en bas, un microinsert défailant [NOWODZINSKI 2012].**

Au terme de cette synthèse sur les problématiques de l'empilement de puces en microélectronique, qui nous a conduits à présenter en détail le procédé de report de puces par microinsertion développé au CEA-LETI, un bilan de la fiabilité des contacts réalisés par microinsertion permet de décrire les principaux mécanismes de défaillances. Ainsi, ce premier travail bibliographique pose les bases de notre réflexion et soulève de nombreuses questions :

- Quel est le rôle des propriétés mécaniques des matériaux sur l'établissement du contact ?
- Quels sont les mécanismes en jeu lors de l'établissement du contact électrique entre le microinsert de Ni et le film mince d'Al(Cu) (influence de la géométrie macroscopique ou de la rugosité de surface, rôle de l'oxyde natif d'Aluminium...) ?
- Comment optimiser l'évacuation de la colle « époxy » (mauvais conducteur électrique) à l'interface de contact ?
- Quelles sont les conditions optimales de pression, de température et de temps à utiliser lors de l'étape de thermocompression, sans dégrader les composants actifs et les couches diélectriques situées sous le plot de connexion, tout en réalisant un contact électrique de bonne qualité (faibles valeurs de  $R_{EC}$  stable dans le temps et en température) ?
- Comment évolue la résistance de contact en fonction de la force pour un seul contact ?
- Quelle(s) forme(s), dimension(s) et répartition(s), les microinserts de Ni pourraient avoir afin d'optimiser la fiabilité des contacts et ainsi diminuer la valeur de la  $R_{EC}$  ?
- Quelle est la stabilité du contact électrique réalisé par microinsertion, lors de sollicitations thermomécaniques répétées du contact ?

## Conclusion

A partir de ces premiers éléments de réflexion, la problématique de la thèse est alors définie. Elle consiste à déterminer les mécanismes de formation d'un contact métallique au travers d'un oxyde natif, dans le cadre du procédé de microinsertion, utilisé pour l'empilement de puces (cf. Figure I-17). En se basant sur les travaux de [TRIPP 1967], [MOHAMED 1975] et [SLADE 1999] sur le contact métal-oxyde-métal, l'hypothèse de départ pour ce travail de thèse se résume à supposer, que le contact s'établit lors de l'extrusion de Ni et d'Al(Cu) au travers de fissures créées respectivement dans chaque oxyde natif. Ainsi, deux principaux axes de recherche se dégagent. Dans un premier temps, il semble primordial d'acquérir une bonne connaissance du comportement



mécanique des éléments du contact réalisé par microinsertion, autrement dit le plot de Ni, le film d'Al(Cu) et les oxydes natifs. Toutefois, afin de simplifier le problème, on ne cherche pas à caractériser l'oxyde natif de Nickel, épais de 1nm à température ambiante [\[GRAHAM 1972\]](#). L'étude porte alors essentiellement sur la fracture de l'oxyde natif d'Aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). La principale technique de caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux retenue est la nanoindentation instrumentée. Cependant, un problème majeur dans l'extraction des propriétés de ces matériaux est à surmonter, à savoir la faible épaisseur des couches minces avec l'influence des couches sous-jacentes, dû à l'empilement des matériaux. Dans un second temps, une étude sur l'évolution de la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée est menée, afin d'établir les mécanismes de formation du contact électrique à l'échelle du microinsert. La compréhension de l'établissement du contact doit apporter in fine des solutions aux technologues dans la sélection des matériaux, afin d'optimiser et fiabiliser le procédé de microinsertion.

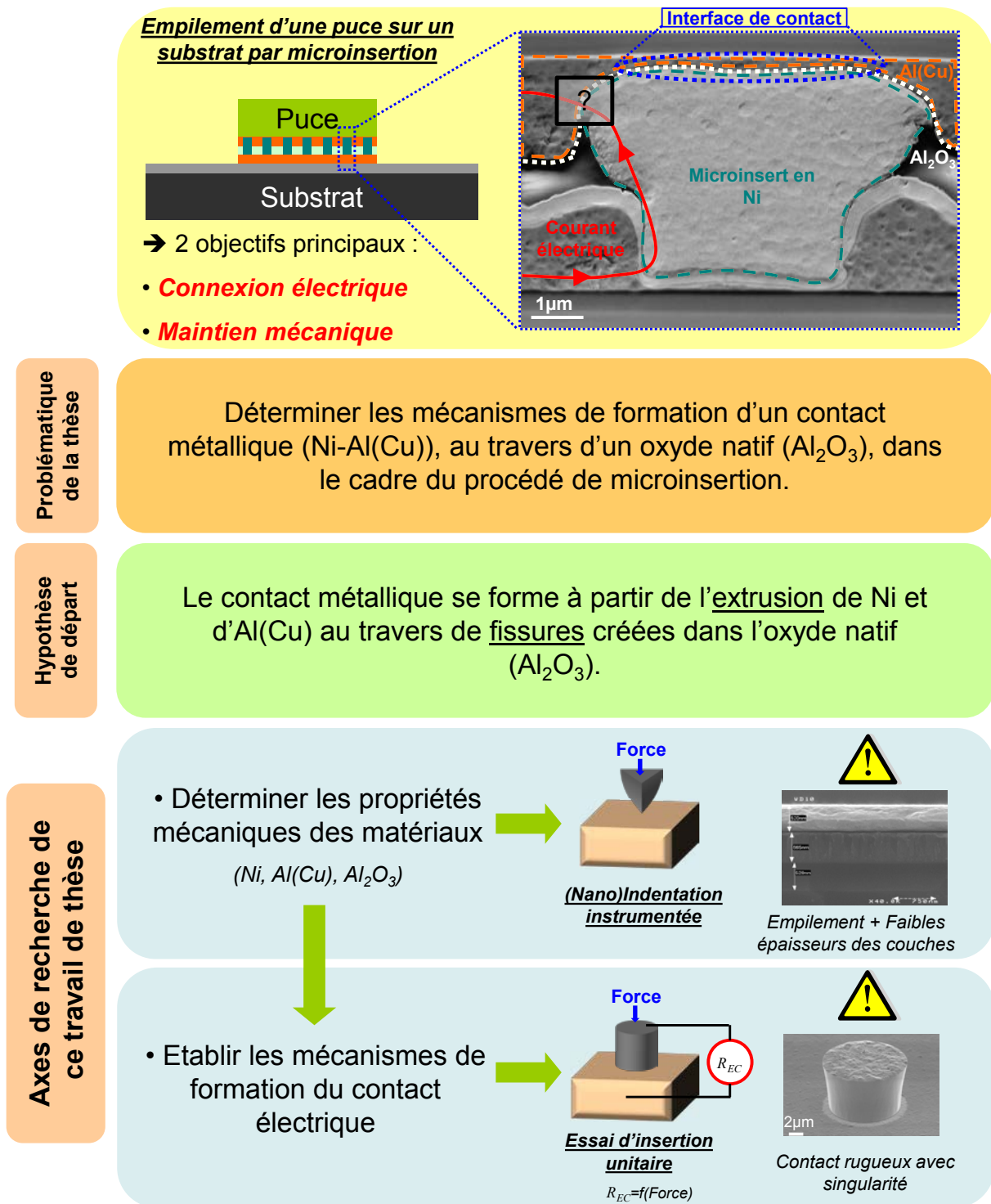


Figure I-17 – Problématique, hypothèse de départ et axes de recherche de la thèse.



***Chapitre II - Etat de l'art des propriétés mécaniques des matériaux et du contact***

### Introduction

A partir d'une étude bibliographique sur la fiabilité des contacts réalisée dans le premier chapitre, la problématique de la thèse a été définie. Ainsi, l'objectif principal de la thèse consiste à décrire les mécanismes de formation du contact métallique au travers de l'oxyde natif  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Pour cela, il est indispensable d'acquérir au préalable une bonne connaissance des propriétés mécaniques des matériaux mis en jeu et de la physique du contact.

L'objet de ce chapitre est la description des principaux comportements mécaniques des matériaux. Les deux dernières parties sont destinées à décrire respectivement le contact d'un point de vue mécanique, puis électrique. Il est important de noter que l'influence de certains paramètres sur l'établissement du contact sont pris en compte dans cette étude bibliographique, tels que les facteurs géométriques (*e.g.* singularité, rugosité de surface, épaisseur des films minces...), la nature de l'interface (présence d'un oxyde natif), ou encore l'aspect d'empilement de couches minces...

### II.1. Comportement mécanique des matériaux

La première partie de ce premier chapitre est une étude bibliographique sur le comportement mécanique des matériaux. Quand un corps est soumis à l'action de forces extérieures, des contraintes internes s'établissent. À ces contraintes sont associées des déformations. Ainsi, caractériser le comportement mécanique d'un matériau, revient à établir les relations entre contraintes et déformations, propres à ce matériau. Or, selon le matériau et le type de la sollicitation, différents mécanismes de déformation opèrent. Si la déformation est réversible, c'est-à-dire si le matériau retrouve son état initial lorsque l'on retire la force, on parle de comportement élastique. Dans le cas où le matériau ne retourne pas à son état initial la déformation est irréversible et on parle alors de comportement plastique. Enfin, il y a rupture si le matériau est sollicité jusqu'à endommagement. Ainsi, pour établir la loi de comportement d'un matériau, il faut étudier la déformation mécanique de celui-ci en fonction de la force appliquée. Rappelons que dans ce travail de thèse, les matériaux étudiés sont le Ni et l'Al(Cu) (métaux à structure cubique face centrée), qui présentent un comportement élastoplastique. Puis, l'oxyde d'Aluminium natif (céramique amorphe), qui présente un comportement plutôt du type élastique-fragile, à température ambiante.

#### II.1.1 Déformation élastique

##### II.1.1.1. Origine physique de l'élasticité

Les propriétés des matériaux dépendent fortement de la nature des liaisons entre atomes et de la densité de l'empilement atomique, car elles déterminent par exemple l'énergie de cohésion de la matière, la force nécessaire pour écarter les atomes les uns des autres jusqu'à rupture, le coefficient de dilatation, la conductibilité électrique ou thermique, la stabilité des phases, la réactivité... Les forces de liaison  $F_L$  et leur variation avec la distance interatomique  $r$  varient considérablement selon la nature de la liaison chimique concernée. On distingue deux types de liaisons : les liaisons fortes (*i.e.* ionique, covalente et métallique) et les liaisons faibles ou secondaires (*i.e.* Van der Waals et hydrogène) [\[FRANCOIS\\_1 2009\]](#).

A l'équilibre et sans sollicitation, une distance interatomique  $r_0$ , dite de repos, sépare les atomes (cf. Figure II-1). Dans le cas où l'on étire la liaison (traction), la distance interatomique augmente, et une force d'attraction qui résiste à l'écartement  $r_0 + r$  apparaît. Dans le cas de la compression, la distance interatomique diminue et il apparaît une force de répulsion qui résiste au

rapprochement  $r_0 - r$ . Dans le cas de petites variations de  $r$  (petites déformations), la pente  $k = dF_L/dr$  de la courbe  $F_L(r)$  définit la raideur de la liaison. Au repos,  $F_L = 0$  et  $r = r_0$ , et la raideur de la liaison a pour valeur  $k_0$ .

Les liaisons interatomiques assurent la cohésion d'un matériau cristallin, et leur raideur permet théoriquement de calculer les modules élastiques du matériau, à condition de prendre en compte la structure cristalline. Celle-ci va définir les directions des liaisons par rapport à l'effort appliqué d'où un comportement élastique généralement anisotrope. Pour passer de la raideur microscopique (raideur de la liaison) à la raideur macroscopique (module d'Young ou module élastique), notée  $E$ , considérons le modèle simple dans lequel tous les atomes sont situés sur un réseau cubique. Soit  $N_L = A_N / (r_0^2)$  le nombre de liaisons qui traversent une section droite d'aire  $A_N$  normale à la force macroscopique appliquée  $F$ . La résistance à la traction microscopique de chaque liaison faiblement étirée de  $r_0$  à  $r$  étant  $F_L = (k_0)(r - r_0)$ , la force macroscopique appliquée est donc  $F = N_L \cdot F_L = A_N \cdot (k_0/r_0) \cdot (r - r_0)/r_0$ . Réécrite en termes de contrainte (densité surfacique de force)  $\sigma = F/A_N$  et de déformation (variation relative d'allongement)  $\varepsilon = (r - r_0)/r_0$ , cette relation devient  $\sigma = (k/r_0) \cdot \varepsilon$ . Soit l'expression du module d'Young  $E = \sigma/\varepsilon$  (Loi de Hooke), caractérisant la raideur macroscopique en fonction de la raideur microscopique  $E = k/r_0$ .

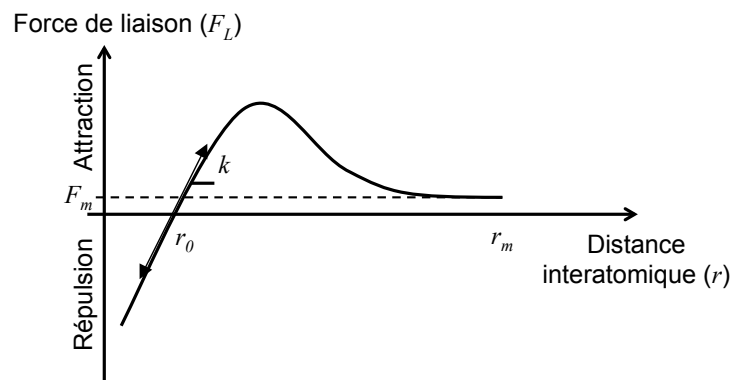


Figure II-1 – Force de liaison en fonction de la distance interatomique.

#### II.1.1.2. Généralisation de la loi de Hooke

La généralisation de la loi de Hooke, dans le cadre de l'élasticité linéaire isotherme aux petites déformations pour un matériau cristallin, a été réalisée par Cauchy, qui a proposé d'exprimer chaque composante du tenseur des contraintes  $\sigma_{ij}$  comme une fonction linéaire des composantes du tenseur des déformations  $\varepsilon_{kl}$  [NYE 1985]. La loi de Hooke s'écrit donc sous la forme :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl}$$

$$\varepsilon_{kl} = S_{ijkl} \cdot \sigma_{ij}$$

II-1

où  $C_{ijkl}$  et  $S_{ijkl}$  sont des tenseurs du quatrième ordre appelés respectivement tenseur des rigidités ou tenseur d'élasticité, et tenseur des complaisances élastiques du matériau.

Dans le cas d'un solide élastique linéaire anisotrope, le nombre de constantes élastiques indépendantes est réduit à 21. Selon la structure cristalline du matériau, il est possible de réduire le nombre de constantes élastiques, en prenant en compte les symétries du cristal. Rappelons que l'Al et le Ni ont des structures cubiques. Par exemple, dans le cas de la symétrie cubique, les trois

composantes indépendantes de  $C_{ijkl}$  sont souvent notées  $\sigma_{11}$  ( $=\sigma_{1111}$ ),  $\sigma_{12}$  ( $=\sigma_{1212}$ ) et  $\sigma_{44}$  ( $=\sigma_{4444}$ ). Dans le cas isotrope, le nombre de coefficients indépendants est réduit à deux par la relation :

$$C_{44} = \frac{1}{2}(C_{11} - C_{12}) \quad \text{II-2}$$

Il est alors possible d'exprimer différemment ces constantes élastiques. Prenons, par exemple, leurs expressions à l'aide du module d'Young  $E$  et du coefficient de Poisson  $\nu$  :

$$C_{11} = E \quad \text{et} \quad \frac{C_{11}}{C_{12}} = \nu \quad \text{II-3}$$

### II.1.1.3. Anisotropie élastique

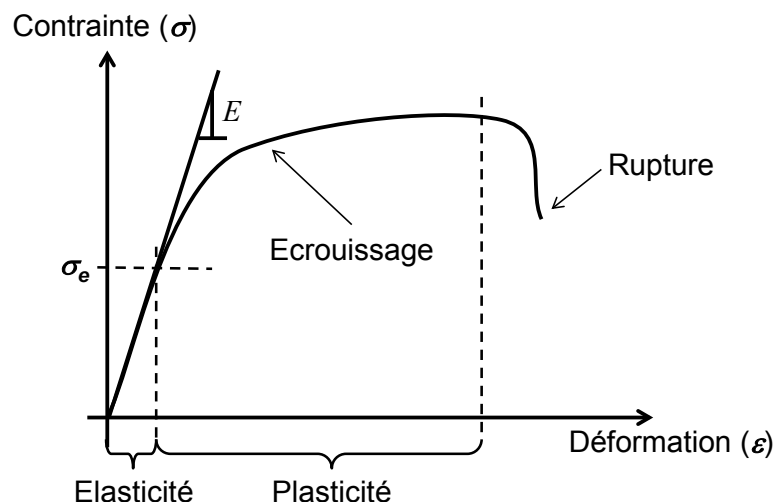
Dans le cas d'un solide cubique anisotrope, l'équation II-2 n'est plus valable et il est alors possible de définir un rapport d'anisotropie élastique, autrement appelé coefficient de Zener :

$$A_{Zener} = \frac{2 \cdot C_{44}}{(C_{11} - C_{12})} \quad \text{II-4}$$

A l'aide des valeurs de constantes élastiques trouvées dans [\[LEVY 2001\]](#), un coefficient d'anisotropie de 1,22 est trouvé pour l'Aluminium et de 2,67 pour le Nickel. Ainsi, il est possible de considérer l'Aluminium comme isotrope élastiquement, le coefficient de Zener étant proche de 1.

### II.1.1.4. Notion de limite d'élasticité

Dans le cas où l'on étire excessivement la liaison, la force de la liaison augmente jusqu'à une valeur maximale  $F_m$ , pour une longueur  $r_m$ , correspondant à la dissociation de la liaison (cf. Figure II-1). Si on modélise en première approximation la fonction  $\sigma(r)$  par une fonction sinusoïdale, on peut estimer la limite d'élasticité théorique  $\sigma_e$  proche de  $(E \cdot \lambda)/\pi$ , avec  $\lambda$  une fraction de la distance interatomique. Pour la plupart des céramiques, lorsque l'on mesure expérimentalement la limite d'élasticité, on obtient une valeur de l'ordre de  $E/2\pi$ . Cependant, en ce qui concerne les métaux, les valeurs de limite d'élasticité expérimentales sont très inférieures à la valeur théorique. Il existe donc d'autres mécanismes permettant d'expliquer l'écoulement plastique dans les métaux. D'une manière générale, la plasticité des métaux trouve son origine dans la propagation de défauts linéaires élémentaires présents dans les structures cristallines appelés dislocations [\[TAYLOR 1934\]](#), [\[OROWAN 1934\]](#) et [\[POLANYI 1934\]](#).



**Figure II-2 – Exemple de relation contrainte-déformation pour un matériau avec un comportement élastoplastique.**

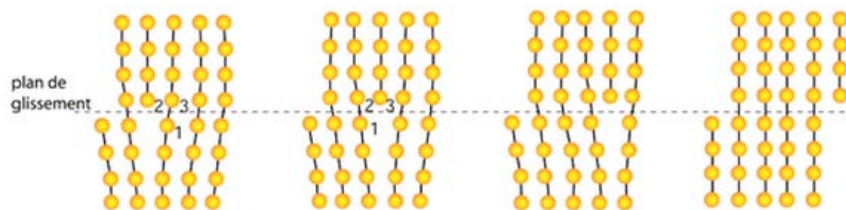
### II.1.2 Déformation plastique

Après avoir vu les origines de la déformation élastique des matériaux, et la notion de limite d'élasticité, passons à la description de la déformation plastique dans les métaux (cf. Figure II-2).

#### II.1.2.1. Notion de dislocation

Une dislocation est un défaut linéaire correspondant à une discontinuité dans l'organisation de la structure cristalline et qui introduit un champ de distorsions élastiques en l'absence de contraintes appliquées. Une dislocation est caractérisée par la direction de sa ligne  $L$  et par un vecteur  $\vec{b}$  appelé « vecteur de Burgers ». Dans le cas où le vecteur de Burgers est parallèle à la ligne de dislocation on parle de dislocation vis, et s'il est perpendiculaire on parle de dislocation coin. Dans le cas réel, les dislocations sont mixtes avec des portions vis et des portions coin.

Une dislocation de vecteur de Burgers glisse sur un plan. L'ensemble des plans de glissement forme alors un système de glissement. Les plans de glissement « faciles » sont généralement les plans de plus forte densité atomique (force de frottement minimale) et les directions de glissement sont les directions cristallographiques les plus denses (déformation minimale). Donc, pour une structure cristallographique donnée, il y a un nombre réduit de systèmes de glissements faciles. Plus une structure a de systèmes de glissement faciles, plus le cristal pourra être ductile (mais la ductilité dépend aussi d'autres paramètres comme la pureté, la taille de grain...). À l'inverse, une structure qui a peu de systèmes de glissement faciles sera intrinsèquement fragile (le matériau casse sans déformation plastique). Un exemple de mouvement d'une dislocation dans un plan de glissement entraînant le cisaillement du cristal est représenté Figure II-3.



**Figure II-3 – Exemple de mouvement de dislocations.**

Sous une sollicitation donnée, toutes les dislocations dans un matériau ne sont pas mobiles. Il existe donc des dislocations non mobiles qui peuvent constituer des obstacles aux mouvements des dislocations mobiles, et d'autre part les dislocations mobiles peuvent se gêner mutuellement dans leur mouvement. Les dislocations sont donc à la fois des vecteurs et des obstacles à la déformation plastique. Lors de la déformation plastique, il y a augmentation de la densité de dislocations (mécanisme de Franck-Read), et formation de jonctions entre systèmes de glissement non coplanaires (durcissement dit « de la forêt »). Ainsi, la force nécessaire au mouvement des dislocations mobiles augmente donc avec la déformation plastique, ce qui revient à un durcissement du matériau. Ce durcissement croissant avec la déformation plastique est appelé écrouissage. Il faut cependant définir dans un premier temps le critère macroscopique permettant de déterminer si le matériau plastifie pour une contrainte donnée.

#### II.1.2.2. Critère de plasticité

Au niveau microscopique, l'entrée en plasticité correspond au moment auquel la force agissant sur les dislocations excède un seuil qui traduit la résistance des obstacles. Au niveau



macroscopique, dans le but de savoir si le matériau a plastifié ou non, la limite d'élasticité  $\sigma_e$  est comparée à la contrainte équivalente appliquée au matériau. Cette contrainte équivalente ou critère de plasticité est un scalaire, souvent noté  $\bar{\sigma}$ , qui est donné par une fonction de charge  $f$  dépendante du tenseur des contraintes. Il incorpore donc les éventuels effets d'anisotropie dans sa définition. Si la fonction  $f(\bar{\sigma})$  est négative, on est alors en régime élastique et le comportement du matériau est régi par la loi de Hooke. Au contraire, si  $f(\bar{\sigma})$  est nulle, on est alors en régime plastique.

Il existe de nombreux critères de plasticité dans la littérature parmi lesquels les critères de von Mises, Tresca ou Drucker-Prager pour les matériaux isotropes, et de Hill et Tsai pour les matériaux anisotropes. Le critère de Von Mises est le plus communément utilisé pour les métaux, et il est basé sur le deuxième invariant du tenseur déviatorique des contraintes  $\underline{S}$ . Il peut s'écrire directement en fonction des deux premiers invariants du tenseur des contraintes, ou directement en fonction de ses composantes principales  $\sigma_I$ ,  $\sigma_{II}$  et  $\sigma_{III}$  (valeurs propres du tenseur des contraintes), indépendamment de la pression hydrostatique :

$$\begin{aligned} f(\bar{\sigma}) &= \bar{\sigma}_{VM} - \sigma_e \\ \bar{\sigma}_{VM} &= \sqrt{\frac{3}{2} S_{ij} S_{ij}} \quad \text{avec} \quad S_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{1}{3} \sigma_{kk} \delta_{ij} \\ \bar{\sigma}_{VM} &= \sqrt{\frac{1}{2} [(\sigma_I - \sigma_{II})^2 + (\sigma_{II} - \sigma_{III})^2 + (\sigma_{III} - \sigma_I)^2]} \end{aligned} \quad \text{II-5}$$

Le critère de Tresca, qui prend en compte les contraintes critiques de cisaillement, est plus proche d'une interprétation microscopique, en termes de mouvement de dislocations, mais le critère de von Mises en constitue une excellente approximation, et il est beaucoup plus facile à mettre en œuvre numériquement (la surface de charge est un ellipsoïde, au lieu d'être un polyèdre présentant des « coins »).

### II.1.2.3. Ecouissage ou élastoplasticité

L'écrouissage d'un métal, autrement appelé élastoplasticité, est le durcissement d'un métal sous l'effet d'une déformation plastique indépendante du temps (cf. Figure II-2). L'écrouissage peut être isotrope ou cinématique. L'écrouissage isotrope se caractérise par une dilatation de la surface de charge par homothétie, alors que l'écrouissage cinématique se caractérise par une translation du centre du domaine d'élasticité. Cependant, le cadre de cette thèse se limite à la présentation de l'écrouissage isotrope.

La modélisation de l'écrouissage est un des domaines encore largement ouvert dans la théorie des dislocations. Il existe par contre de nombreuses descriptions phénoménologiques de l'écrouissage, qui sont très « opérationnelles ». Parmi les lois d'écrouissages isotropes, les plus communément utilisées sont les modèles développés par Ludwick [LUDWICK 1909], Hollomon [HOLLOMON 1945], Swift [SWIFT 1952] et Voce [VOCE 1948]. Il s'agit de lois phénoménologiques simples issues d'essais de traction, dont les expressions respectives sont données ci-dessous :

$\sigma = \sigma_e + k \varepsilon^{n_0}$	(Ludwick)	II-6
$\sigma = K_1 \varepsilon^{n_1}$	(Hollomon)	II-7
$\sigma = K_2 (\varepsilon + \varepsilon_0)^{n_2}$	(Swift)	II-8
$\sigma = B - (B - A) \exp(-n_3 \cdot \varepsilon)$	(Voce)	II-9

avec  $\sigma$  la contrainte vraie,  $\varepsilon$  la déformation plastique vraie et les autres paramètres des constantes. Il est intéressant de noter que le paramètre  $n_1$  dans la relation d'Hollomon est usuellement appelé coefficient d'écrouissage.

Il est important de noter que des paramètres tels que le temps, la température ou le nombre de cycles... peuvent avoir des influences très importantes dans le comportement mécanique des matériaux. Dans le cadre de cette thèse, les essais de caractérisation des matériaux sont monotones et réalisés à température ambiante. Cependant, le procédé de microinsertion se faisant en température et à une contrainte constante durant un temps non négligeable, la viscosité des matériaux peut jouer un rôle important sur leurs niveaux de déformation finale. La prochaine partie porte donc sur la description des propriétés d'élastoviscoplasticité.

### II.1.2.4. L'élastoviscoplasticité

L'élastoviscoplasticité ou viscoplasticité est une déformation irréversible et fonction du temps. La viscosité du matériau interdit les déformations plastiques instantanées, ce qui rend ce type de comportement dépendant de la vitesse de chargement et fonction de la contrainte de chargement maintenue constante. Le comportement viscoplastique très voisin de la plasticité classique, se distingue du comportement viscoélastique par la décomposition de la déformation en une part élastique et une part inélastique viscoplastique [FRANCOIS 2 2009]. La composante élastique réversible est le plus souvent négligée devant la composante viscoplastique. Le comportement viscoplastique se rencontre principalement dans les métaux et les alliages sollicités à haute température (valeurs supérieures à  $0,3 T_f$ , avec  $T_f$  la température de fusion du matériau considéré).

A haute température, ce comportement est associé à des phénomènes de diffusion (dislocations, joints de grains...). La déformation d'un matériau induite pendant le maintien constant de la température et de la contrainte est appelée fluage. Le fluage d'un matériau doit être pris en considération dès que la température d'emploi est proche ou supérieure à  $0,2 T_f$  ou s'il existe des contraintes importantes [SAINT ANTONIN 1995]. Dans notre cas, les températures de fusion des matériaux étudiés sont  $T_f(Al) = 933,15K$  (soit  $660^\circ C$ ),  $T_f(Ni) = 1728,2K$  (soit  $1455^\circ C$ ) et  $T_f(Al_2O_3) = 2327,2K$  (soit  $2054^\circ C$ ). Or, le procédé de microinsertion se faisant à une température de  $393,15K$  (soit  $120^\circ C$ ), on avoisine les  $0,4 T_f$  pour l'Al, et cela incite donc à évaluer si les déformations liées au fluage sont à l'œuvre dans celui-ci.

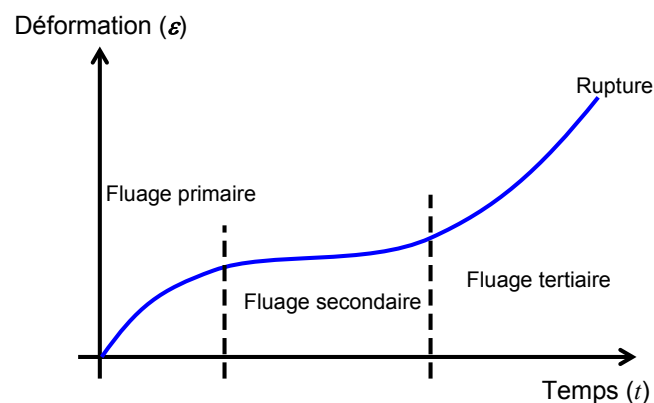


Figure II-4 – Courbe caractéristique des trois domaines du fluage jusqu'à rupture [SAINT ANTONIN 1995].

En général, on distingue trois principaux stades de fluage (cf. Figure II-4) :

- une phase primaire, transitoire, où la vitesse de fluage diminue avec le temps ;
- une phase secondaire, stationnaire, qui est caractérisée par une vitesse de fluage constante ;
- et une phase tertiaire où la vitesse de déformation augmente jusqu'à la rupture du matériau.

Le fluage primaire est en général représenté par une loi puissance (relation d'Andrade) :

$$\varepsilon = At^\alpha \quad \text{II-10}$$

avec la constante  $\alpha$  valant souvent  $1/3$ ,  $A$  un paramètre reliant les propriétés du matériau aux mécanismes de fluage. D'une manière générale, plus la contrainte est importante, plus la durée du fluage primaire augmente alors que celle du fluage secondaire diminue. Ce dernier est couramment modélisé par l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte. Pour les faibles contraintes, la loi de Norton reste la plus utilisée :

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^p \quad \text{II-11}$$

L'exposant  $p$  dépend de la nature du matériau et il est généralement compris entre 3 et 10. Mais pour des contraintes plus importantes, l'expression suivante sera préférée :

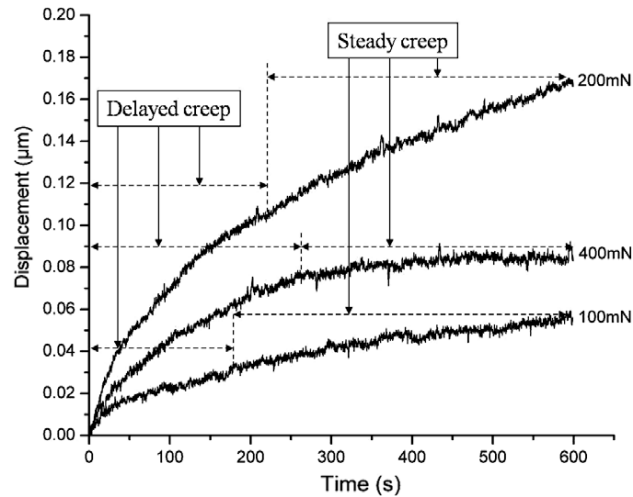
$$\dot{\varepsilon} = Ae^{\alpha\sigma} \quad \text{II-12}$$

Par ailleurs, il est possible de mettre en évidence une « viscoplasticité à basse température », liée à l'activation thermique de la déformation plastique. Ainsi, pour des températures inférieures à  $0,3 T_f$ , les trois stades du fluage ne sont pas observés : la vitesse de déformation décroît continûment dès le début du fluage, pour presque s'annuler. Il s'agit d'un fluage logarithmique [\[SAINT ANTONIN 1995\]](#), correspondant au fluage primaire, décrit par la formule suivante :

$$\varepsilon = A.\ln\left(1 + \frac{t}{t_0}\right) \quad \text{II-13}$$

En ce qui concerne les propriétés de viscoplasticité de l'Al(Cu), il existe de nombreuses études dans la littérature. Cependant, le fluage est habituellement étudié à l'aide d'essais de traction réalisés à haute température, avec des alliages de stœchiométries très différentes, sur des éprouvettes macroscopiques [\[CHAUDHURY 1987\]](#) et [\[SOLIMANE 1994\]](#). Or, dans notre cadre d'étude, l'Al(Cu) est sous forme de couches minces, ce qui oblige à utiliser d'autres méthodes de caractérisation, telles que la nanoindentation instrumentée ou la mesure des contraintes résiduelles [\[MODLINSKY 2004\]](#). En ce qui concerne la nanoindentation instrumentée, il existe plusieurs approches, dont celle de [\[FISCHER-CRIPPS 1 2004\]](#), basée sur les modèles viscoélastiques phénoménologiques de Maxwell et de Kelvin-Voigt, ou encore celles de [\[TYULYUKOVSKIY 2006\]](#) et [\[RAUCHS 2011\]](#), basées sur des simulations en éléments finis, permettant de remonter aux propriétés viscoplastiques des matériaux.

Dans le cas de notre étude, nous pouvons citer les travaux de [\[DIOP 2009\]](#). Diop réalise des essais de compression d'un microinsert de Ni, supposé purement élastique, dans un film mince d'Al. Les essais ont été réalisés à contrainte constante et à température ambiante, ce qui a permis d'extraire des propriétés de « fluage » pour l'Aluminium à l'aide de la méthode développée par [\[FISCHER-CRIPPS 1 2004\]](#) (cf. Figure II-5).



**Figure II-5 – Courbes d’essais de fluage sur un film mince d’Al avec un microinsert de Ni de diamètre 12,5µm à trois contraintes maximales différentes (0,8, 1,6 et 3,2GPa) [DIOP 2009].**

#### II.1.2.5. Influence de la taille de grain

Les métaux considérés dans notre étude sont polycristallins, c'est-à-dire qu'ils sont formés par un ensemble de petits cristaux, appelés cristallites ou grains, de taille et d'orientation variées, par opposition à un matériau monocristallin constitué d'un seul cristal. Chaque grain se délimite par une frontière appelée joint de grains, laquelle limite le mouvement des dislocations. Ainsi, la taille des grains joue un rôle important sur la limite d'élasticité et l'écrouissage du métal. Deux auteurs, [HALL 1951] et [PETCH 1953], se sont penchés indépendamment sur la relation entre les joints de grains et la résistance d'un métal à une sollicitation. Ils ont étudié différents comportements des matériaux, mais sont arrivés sensiblement à la même conclusion, à savoir la mise en évidence d'une dépendance de la limite élastique avec la taille de grain, décrite par la relation suivante :

$$\sigma_e = \sigma_0 + \frac{K_{HP}}{\sqrt{d}} \quad \text{II-14}$$

avec  $K_{HP}$  une constante propre au matériau,  $\sigma_0$  la limite élastique du monocristal,  $d$  la taille de grain moyenne et  $\sigma_e$  la limite d'élasticité du polycristal. Ainsi, plus la taille de grain d'un matériau est petite et plus sa limite d'élasticité est élevée.

#### II.1.2.6. Carte des mécanismes de déformation

Il est nécessaire de déterminer, pour un solide polycristallin donné, le mécanisme de déformation plastique prépondérant, et sa vitesse d'écoulement plastique associée. Une manière de faire a été proposée par Frost et Ashby [FROST 1982]. Il s'agit d'un diagramme dont les axes sont normalisés, avec en abscisse la température  $T/T_f$  et en ordonnée la contrainte  $\sigma/\mu$  (avec respectivement  $T_f$  la température de fusion et  $\mu$  le module de cisaillement du matériau) (cf. Figure II-6 et Figure II-7). Un tel diagramme est divisé en différents domaines de contrainte et température, représentatifs des différents mécanismes de déformation plastique. Les vitesses de déformation apparaissent en surimpression sur les différentes régions. Ces diagrammes affichent la relation entre les trois variables macroscopiques: la contrainte  $\sigma$ , la température  $T$  et vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$ .

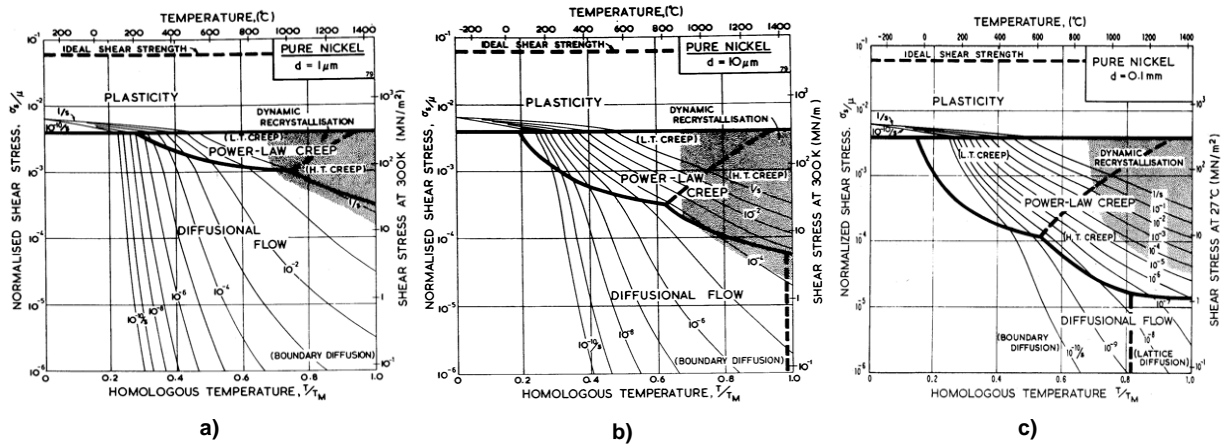


Figure II-6 – Cartes des mécanismes de déformation pour du Ni pur massif avec une taille de grain de : a) 1μm, b) 10μm et c) 100μm [FROST 1982].

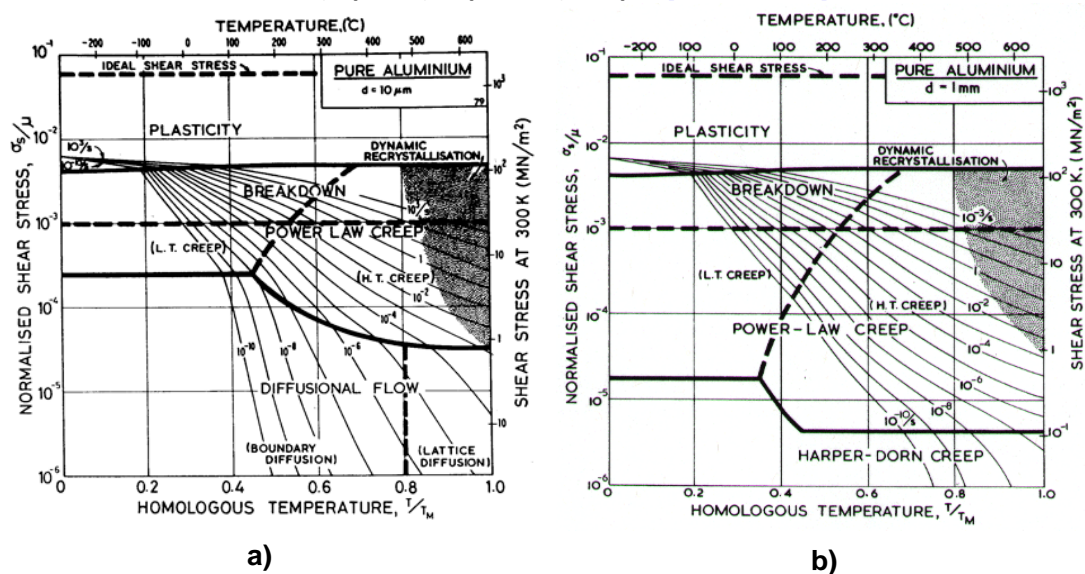


Figure II-7 – Cartes des mécanismes de déformation pour de l'Al pur massif avec une taille de grain de : a) 10μm et b) 1mm [FROST 1982].

Si deux de ces variables sont connues, la carte peut être utilisée pour déterminer la troisième. Ce type de diagramme peut être tracé pour différents type de matériaux cristallins : des métaux (cubique centré, cubique faces centrées et hexagonal), mais aussi pour des semi-conducteurs (Si, Ge...) ou encore des céramiques, et même pour l'eau. On peut noter qu'il existe d'autres types de représentations, pour étudier par exemple le comportement d'un matériau à des taux élevés de déformation.

Afin de construire de tels diagrammes, il a fallu définir les principaux mécanismes de déformation plastique dans les matériaux cristallins. Frost et Ashby ont retenu sept mécanismes, basés essentiellement sur la mécanique des dislocations, fonction de la contrainte et de la température appliquées au matériau. Notons qu'un diagramme n'est tracé que pour une seule taille de grain.

Ce type de représentation résume les informations sur l'état de fluage stationnaire à une contrainte et une température données. Elle permet d'identifier rapidement les mécanismes de plasticité mis en jeu et la vitesse de déformation d'un matériau soumis à un chargement. L'influence de la taille de grain est également mise en évidence au travers de ces cartes de déformation dans le cas du Nickel (cf. Figure II-6) et de l'Aluminium (cf. Figure II-7). Notons l'expansion du domaine du

fluage en loi puissance au détriment de l'écoulement diffusionnel, ainsi qu'une prédominance de la diffusion par le réseau devant la diffusion par les joints de grains, dans les mécanismes pilotant l'écoulement diffusionnel, avec une augmentation de la taille de grain. Enfin, le fluage Harper-Dorn peut apparaître lorsque la taille de grain augmente, seulement mis ici en évidence dans le cas de l'Aluminium (cf. Figure II-7).

Jusqu'à présent, les régimes de déformation des matériaux se limitent à l'élasticité et la plasticité. Mais qu'arrive-t-il si l'on sollicite un matériau jusqu'à la rupture ? Comment une fissure se propage-t-elle dans le cas d'un empilement de matériaux ? Qu'arrive-t-il pour un matériau fragile comme l'Alumine native, qui est un oxyde amorphe ne présentant pas de caractère plastique ? L'étude de l'endommagement et de la fracture dans les matériaux fragiles fait l'objet de la prochaine partie.

### II.1.3 Endommagement du matériau

Généralement, un matériau est dit fragile lorsqu'il se rompt sans avertissement et de façon très brutale. Sa courbe contrainte-déformation demeure linéaire jusqu'à la rupture où toute l'énergie élastique emmagasinée est libérée d'un seul coup (cf. Figure II-8). En cours de déformation, le matériau subit donc un endommagement progressif, lié à la formation progressive de fissures dans le matériau, qui aboutit à sa rupture. Ceci le différencie de l'écrouissage dans les métaux, traité précédemment, qui trouve son origine dans l'arrangement et la multiplication des dislocations. L'endommagement se déroule donc en trois étapes : une première étape de formation des cavités dans le matériau (phase d'amorçage), puis une étape de développement (phases de croissance et de coalescence), et enfin la rupture du matériau.

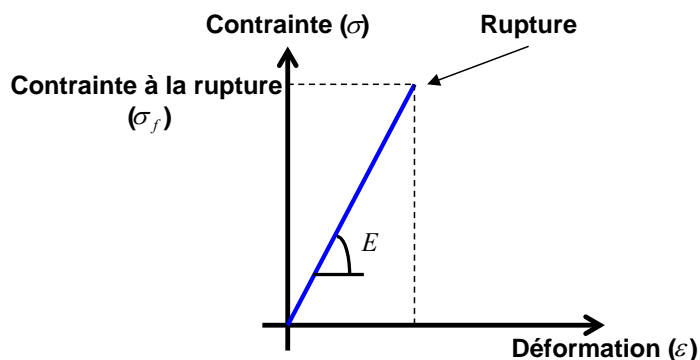


Figure II-8 – Exemple schématisé d'un comportement élastique fragile.

La mécanique de la rupture est une approche qui met en jeu les concepts habituels de la mécanique des milieux continus, à partir d'une discontinuité existante : cavité ou fissure [ENGERAND 1990]. Elle permet dans certains cas de prévoir, en fonction des dimensions d'une fissure et de l'état de chargement, la vitesse de propagation de la fissure et la dimension à partir de laquelle cette fissure peut entraîner une rupture brutale. Elle traite également de la croissance des cavités dans un solide se déformant plastiquement. Il est intéressant de noter que le concept de mécanique de la rupture développé avant 1960, pour traiter de la stabilité des fissures, était applicable uniquement aux matériaux obéissant à la loi de Hooke. On parle de mécanique élastique linéaire de la rupture. Il faut attendre 1960, pour voir apparaître des théories de mécanique de la rupture, prenant en compte de nombreux comportements non-linéaires des matériaux (plasticité, viscoplasticité...) ou encore des effets dynamiques [ANDERSON 2005].

Dans notre étude, nous nous intéressons essentiellement à la fracture de l'oxyde natif d'Aluminium lors de la formation du contact électrique entre le microinsert de Ni et le film mince



d'Al(Cu). L'Alumine native est une céramique amorphe, ne présentant pas de caractère plastique en première approximation. L'Alumine native est supposée avoir un comportement purement élastique et fragile. Ainsi, la théorie de la mécanique élastique linéaire de la rupture convient parfaitement dans un premier temps pour décrire le phénomène de fracture dans l'Alumine, et ainsi déterminer le niveau de contrainte à dépasser pour déclencher la rupture dans le matériau. Cette partie bibliographique a donc pour objet de poser les bases de la mécanique élastique de la rupture fragile pour un matériau massif, puis de donner des éléments sur la fracture dans les films minces.

### II.1.3.1. Mécanique élastique linéaire de la rupture

A l'échelle atomique, un matériau fragile ne se fissure que lorsqu'on lui apporte l'énergie suffisante pour casser les liaisons atomiques. La valeur théorique de la contrainte de cohésion à dépasser pour induire une fissure dans le matériau est de l'ordre de  $E/\pi$  avec  $\lambda$  alors égal à la distance interatomique (cf. § II.1.1.4) [ANDERSON 2005]. Cependant, les valeurs expérimentales de contrainte à la rupture obtenues pour des matériaux fragiles sont typiquement de plusieurs ordres de grandeur en dessous de cette valeur. Cette différence a été attribuée à la présence de défauts dans le matériau, lesquels tendent à diminuer la résistance macroscopique du matériau.

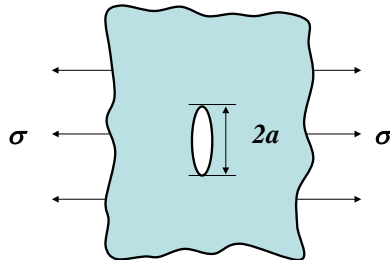


Figure II-9 – Présence d'un trou elliptique dans une plaque plate [ANDERSON 2005].

Deux principales approches ont été développées, afin de prendre en compte la présence de ces défauts. La première approche d'Inglis (1913), qui a analysé la formation de trous elliptiques dans des plaques (cf. Figure II-9), permet d'estimer grossièrement la contrainte à la rupture  $\sigma_f$  :

$$\sigma_f = \left( \frac{E\gamma_s}{4a} \right)^{1/2} \quad \text{II-15}$$

avec  $E$  le module d'Young du matériau,  $\gamma_s$  l'énergie de surface par unité d'aire et  $a$  la demi-largeur du trou. Cependant, cette analyse se base sur des hypothèses de continuité, qui ne sont pas valables à l'échelle atomique. En effet, une contrainte infinie est trouvée en bord de fissure, là où le rayon de courbure est égal à 0. C'est pourquoi, une deuxième approche énergétique a été développée en parallèle par Griffith (1920). Dans ce modèle, la progression de la fissure est stable tant que l'énergie libérée par l'extension de cette fissure est absorbée par la création de nouvelles surfaces. On obtient ainsi pour la contrainte à la rupture l'expression suivante :

$$\sigma_f = \left( \frac{2E\gamma_s}{\pi a} \right)^{1/2} \quad \text{II-16}$$

Il est important de rappeler que cette équation n'est valable que pour des matériaux idéalement fragiles, et Griffith a pu obtenir une bonne adéquation entre la relation II-16 et des valeurs expérimentales de résistance à la rupture obtenues sur du verre. Cependant, une généralisation heuristique de la relation II-16 a été formulée indépendamment par Irwin et Orowan (1948), afin de prendre en compte les matériaux présentant des ruptures ductiles (*i.e.* métaux). L'expression de la contrainte à la rupture prend alors la forme suivante :

$$\sigma_f = \left( \frac{2Ew_f}{\pi a} \right)^{1/2} \quad \text{II-17}$$

avec  $w_f$ , l'énergie de la fracture, incluant des effets plastiques, viscoélastiques ou viscoplastiques. Dans la continuité de cette approche énergétique, Irvin (1956) a proposé de caractériser la rupture à l'aide d'une variable énergétique  $G$  (encore appelée le taux d'énergie libre), qui correspond à la quantité d'énergie nécessaire permettant un accroissement de la fissure :

$$G = \frac{\pi \sigma^2 a}{E} \quad \text{II-18}$$

Or, d'après l'équation II-18, la fissure n'apparaît que si cette quantité d'énergie est supérieure à une valeur critique  $G_c$  :

$$G_c = 2w_f \quad \text{II-19}$$

La difficulté majeure est ici de déterminer la taille initiale des défauts (trous, pré-fissures), afin de prédire des valeurs de contrainte à la rupture ou d'énergie critique de décohésion.

#### II.1.3.2. Analyse des contraintes au voisinage d'un front de fissure

En ne considérant que les fissures planes se propageant dans leur propre plan, on montre que l'état le plus général de propagation se ramène à la superposition de trois modes (cf. Figure II-10) :

- mode I (mode par ouverture) : contraintes de traction normales au plan de fissure ;
- mode II (glissement de translation) : contraintes de cisaillement agissant parallèlement au plan de la fissure et perpendiculairement au front de fissure ;
- mode III (glissement de rotation) : contraintes de cisaillement agissant parallèlement au plan de la fissure et parallèlement au front de fissure.

En 1957, Irwin donne, pour les milieux bidimensionnels relativement simples et en ignorant les phénomènes plastiques en fond de fissure, la forme du premier terme, singulier, du développement limité des contraintes au voisinage d'un front de fissure [\[ENGERAND 1990\]](#). Le champ singulier des contraintes s'exprime sous la forme :

$$\sigma_{ij}(r, \theta) = \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) + \varepsilon(r) \quad \text{II-20}$$

$r$  et  $\theta$  étant les coordonnées polaires du point considéré (cf. Figure II-11) par rapport au fond de la fissure,  $i$  et  $j$  indiquant les différentes composantes de contraintes :  $\sigma_{xx}$ ,  $\sigma_{yy}$ ,  $\tau_{xy}$  (dans le plan). Le champ des déplacements, quant à lui, s'exprime sous la forme :

$$u_i = K \sqrt{\frac{r}{2\pi}} g_i(\theta) \quad \text{II-21}$$

Le paramètre  $K$ , synthétisant à lui tout seul de la géométrie de la pièce fissurée, de la longueur de la fissure et du chargement appliqué, est appelé facteur d'intensité des contraintes. Les facteurs  $K_I$ ,  $K_{II}$  et  $K_{III}$  sont définis respectivement pour chaque mode de fissuration. Par exemple,



dans le cas d'une traction pure, et pour une fissure de longueur  $2a$  dans un solide infini, le facteur d'intensité de contrainte  $K_I$  s'exprime selon :

$$K_I = \alpha \sigma \sqrt{\pi a} \quad \text{II-22}$$

avec  $\alpha$ , un facteur tenant compte de la géométrie de la fissure et de la répartition des contraintes, et  $\sigma$  les contraintes normales au plan de fissure dans le matériau. Au niveau de contrainte produisant l'amorçage d'une fissure correspond une valeur particulière de  $K_I$ . Cette valeur particulière de  $K_I$  est désignée par le symbole  $K_{Ic}$ . Il s'agit d'une propriété du matériau au même titre que la limite d'élasticité.  $K_{Ic}$ , que l'on appelle usuellement la ténacité, caractérise la résistance du matériau à la propagation de fissures. Les deux critères  $K_{Ic}$  et  $G_C$  caractérisent la propagation brutale d'une fissure et sont liés par la relation suivante, dans le cas de structure mince, pour un état de contraintes planes :

$$K_{Ic} = \sqrt{EG_C} \quad \text{II-23}$$

Toutefois, un matériau peut être sollicité selon différents modes de chargement (*i.e.* combinaison des modes I et II) [ERDOGAN 1963]. Afin de prendre en compte cette mixité des modes de chargement, [LIM 1994] a proposé un critère empirique de fissuration :

$$\left( \frac{K_I}{K_{Ic}} \right)^\lambda + \left( \frac{K_{II}}{K_{IIc}} \right)^\mu = 1 \quad \text{II-24}$$

où  $\lambda$  et  $\mu$  sont des constantes supposées dépendre uniquement du matériau considéré. Un autre modèle a été développé par Leguillon, avec la grandeur  $\Psi^*$  définie comme la mixité modale permettant de quantifier la proportion du mode II par rapport au mode I lors de l'ouverture de fissure (cf. Figure II-11) [LEGUILLON 2000] :

$$\Psi^* = \text{Arctg} \left( \frac{\sigma_{xy}}{\sigma_{yy}} \right)_{r,\theta=0} \quad \text{II-25}$$

Ainsi, le comportement fragile d'un matériau massif a été décrit à l'aide de la mécanique élastique linéaire de rupture. Mais concernant la rupture des films minces, d'autres phénomènes sont à prendre en compte, tels que la présence de contraintes internes, liée à la fabrication même du film mince.

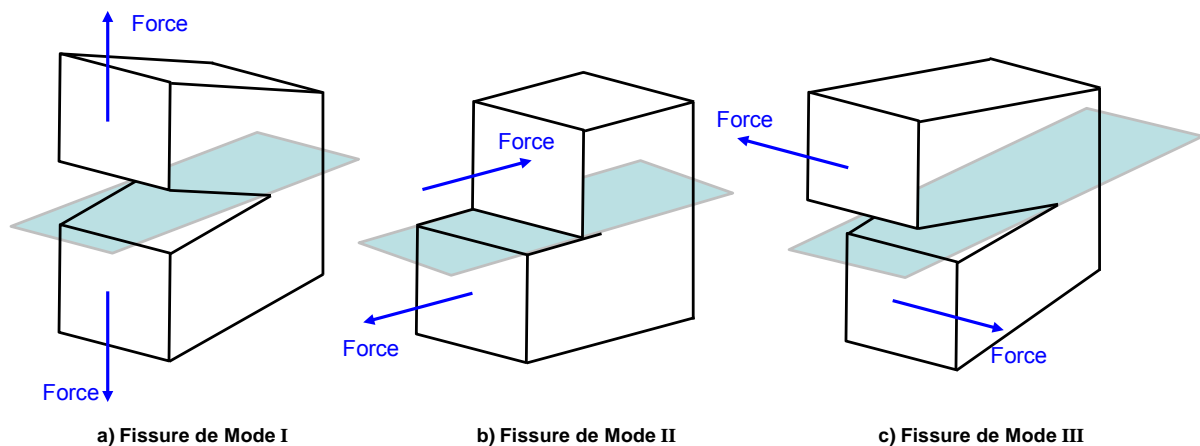


Figure II-10 - Illustration des trois modes de propagation d'une fissure.

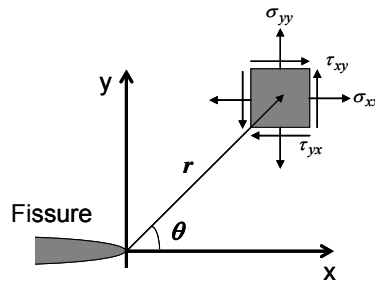


Figure II-11 – Définition des axes de coordonnées en bout de fissures [ANDERSON 2005].

### II.1.3.3. Rupture dans les films minces

Les empilements des couches minces sur substrat sont couramment utilisés en microélectronique. Les couches minces peuvent, d'une part être déposées sur le substrat (*e.g.* techniques de dépôts PVD<sup>j</sup>, ECD ou encore ALD<sup>k</sup>...), et d'autre part croître par consommation du substrat (*i.e.* oxydation). Dans les deux cas, des contraintes sont introduites et influencent le comportement mécanique des matériaux mis en jeu (films minces et substrat).

Dans le cas d'un film déposé, les contraintes sont des contraintes résiduelles (contraintes intrinsèques et contraintes thermiques). Les contraintes intrinsèques apparaissent lors du dépôt (conditions de pression et de température, désaccord du paramètre de maille dans le cas d'un dépôt monocristallin sur substrat monocristallin...). Les contraintes thermiques sont le fruit de la différence des coefficients de dilatation thermique (CDT) et apparaissent lors du retour à la température ambiante. La déformation macroscopique de l'empilement (rayons de courbures avant ( $R_i$ ) et après dépôt ( $R_f$ )) à température ambiante, permet de déterminer le niveau de contraintes résiduelles, dans le film déposé à l'aide de la relation de Stoney [NIX 1989]:

$$\sigma_{rés} = M_s \left( \frac{t_s^2}{6t_f} \right) \left( \frac{1}{R_f} - \frac{1}{R_i} \right) \quad \text{II-26}$$

avec  $t_s$  et  $t_f$  les épaisseurs respectives du substrat et du film mince et  $M_s$  le module biaxial du substrat, s'exprimant pour un matériau élastiquement isotrope selon:

$$M_s = \frac{E_s}{1 - \nu_s} \quad \text{II-27}$$

où  $E_s$  et  $\nu_s$  sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson du substrat.

Mais pour un matériau monocristallin, l'anisotropie élastique doit être prise en compte. Dans le cas d'un matériau présentant une structure cubique, et dans le cas où la face (001) du cube est parallèle au plan du matériau, le module biaxial alors isotrope dans le plan, s'exprime selon :

$$M_s(100) = c_{11} + c_{12} - \frac{2c_{12}^2}{c_{11}} \quad \text{II-28}$$

<sup>j</sup>PVD : Physical Vapor Deposition - Technique de dépôt physique par phase vapeur.

<sup>k</sup>ALD : Atomic Layer Deposition – Procédé de dépôt de couches minces atomiques.

avec  $c_{11}$  et  $c_{12}$  des composantes de la matrice des rigidités. Et dans le cas où la face (111) du cube est parallèle au plan du matériau, le module biaxial également isotrope dans le plan, s’exprime selon :

$$M_s(111) = \frac{6c_{44}(c_{11} + 2c_{12})}{c_{11} + 2c_{12} + 4c_{44}} \quad \text{II-29}$$

avec  $c_{11}$ ,  $c_{12}$  et  $c_{44}$  des composantes de la matrice des rigidités. Notons que la relation II-26 n’est valable que loin des bords de l’échantillon.

Concernant la formation des oxydes, le ratio de Pilling-Bedworth (RPB) nous informe du caractère passivant de l’oxyde formé et donc de l’état de contrainte dans l’oxyde [PILLING 1922]. Ce ratio représente le rapport entre le volume occupé par une mole de l’oxyde, sur le volume d’une mole du métal. Pour un rapport inférieur à 1 (*i.e.* RPB(Mg/MgO)=0,81), l’oxyde est en traction et donc instable et non passivant. Pour des valeurs supérieures à 1, l’oxyde est en compression, mais il n’est stable que si ce ratio ne dépasse pas 2 (*i.e.* RPB(Pb/PbO)=1,28 et RPB(Fe/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)=2,1). Ainsi, pour les couples Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et Ni/NiO, des ratios de Pilling-Bedworth respectifs de 1,28 et 1,65 sont évalués, ce qui indique que les oxydes sont stables et passivant. Notons, que la présence de contraintes de compression dans les oxydes peut s’opposer à la création et à la propagation de fissures.

L’ensemble de ces contraintes résiduelles jouent donc un rôle sur la stabilité des films dans les empilements. Ainsi, pour des contraintes élevées, des phénomènes d’instabilité peuvent apparaître, tels que de la délamination interfaciale, la création de fissures, du cloquage (« buckling » en anglais), de l’écaillage (« spalling » en anglais)... Nous pouvons citer en exemple les travaux de [HUTCHINSON 1992] et [EVANS 1994], sur l’étude des modes de défaillance dans les empilements (cf. Figure II-12). Des critères permettent de prédire quels mécanismes de défaillance peuvent se produire. La combinaison des paramètres formant le critère pour un mode de rupture donné prend alors la forme :

$$G = \frac{Z\sigma_{rés}t_f(1-\nu_f^2)}{E_f} \quad \text{II-30}$$

avec  $E_f$  et  $\nu_f$ , respectivement le module d’Young et le coefficient de Poisson du film déposé et  $Z$  la force motrice adimensionnelle, de l’ordre de l’unité, résultante du mécanisme de fissuration et du désaccord élastique.

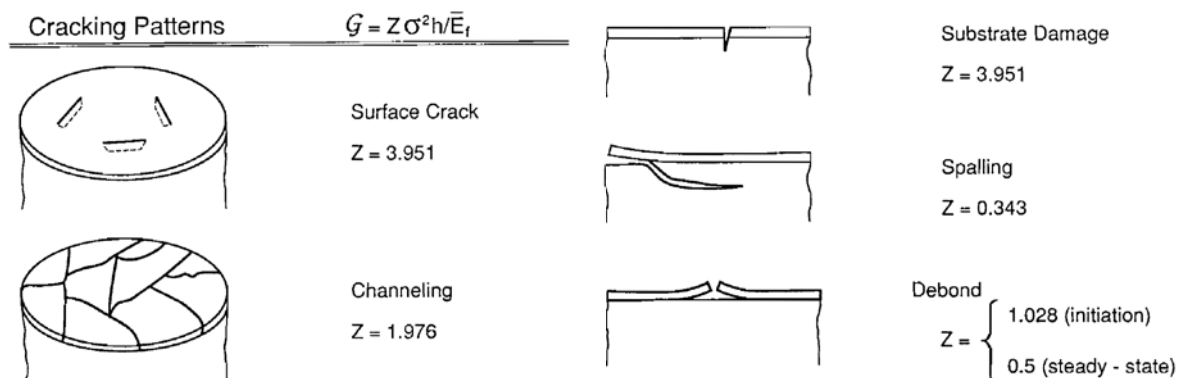


Figure II-12 – Exemples de mécanismes de fracture dans les empilements [HUTCHINSON 1992].

Il est également possible de caractériser la rupture d’un film mince, en le sollicitant mécaniquement, à l’aide par exemple d’essais de traction, de compression (e.g. indentation) ou

encore de gonflement... Notons que la fracture d'un film mince sur substrat dans le cas d'un essai d'indentation est détaillée ultérieurement dans la section II.2.3, dans la partie correspondant à l'étude du contact mécanique.

Ainsi, à l'aide de ces essais mécaniques, des valeurs de contraintes à la rupture, voire de ténacité, peuvent être obtenues expérimentalement pour un film mince. De plus, la présence de défauts dans le matériau a permis d'expliquer, jusqu'à présent, la différence entre les valeurs expérimentales et théoriques de contraintes à la rupture. Cependant, la mesure expérimentale de la ténacité n'est jamais évidente, étant donné une forte dispersion sur les valeurs mesurées. Cette dispersion trouve son origine dans une distribution statistique des défauts présents dans le matériau.

#### II.1.3.4. Approche statistique de la rupture

Parmi les différents modèles permettant de décrire la variation statistique de la contrainte à la rupture, la distribution de Weibull est la plus couramment utilisée [\[ANDERSON 2005\]](#). Considérant un matériau de volume  $V_0$  contraint uniformément, une distribution  $F$  de Weibull (ici de survie) à deux paramètres peut être utilisée :

$$F = 1 - \exp \left( - \left( \frac{\sigma_f}{\sigma_u} \right)^m \right) \quad \text{II-31}$$

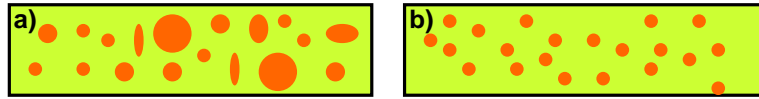


Figure II-13 – Répartition des défauts dans un matériau :

a) Faible coefficient de Weibull ( $m \approx 1-5$ ) et b) Coefficient de Weibull élevé ( $m \rightarrow 10$ ).

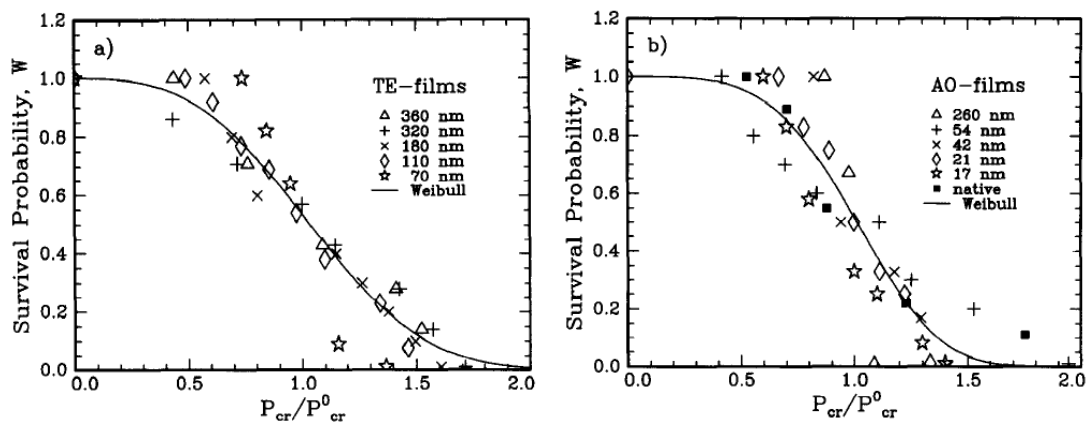
avec  $m$  et  $\sigma_u$  des constantes matériaux. Le module de Weibull  $m$  donne une idée de la dispersion sur la taille des défauts. Plus il est faible, et plus cette dispersion est importante (e.g.  $m \approx 10$  pour une céramique industrielle avec une répartition homogène de défauts de même taille) (cf. Figure II-13). La constante  $\sigma_u$  représente la contrainte de rupture moyenne de l'échantillon de volume  $V_0$ .

Différents auteurs ont cherché à utiliser ce type de distribution, afin de caractériser des échantillons d'Alumine. Par exemple, [\[PETROVIC 1987\]](#) a trouvé une bonne corrélation entre des valeurs expérimentales obtenues à l'aide de chargements multiaxiaux de tubes d'Alumine, et des prédictions des états de contraintes, calculées à partir de la théorie de Weibull. Dans une autre étude menée par [\[CHECHENIN 1995\]](#) sur des films minces d'Alumine, une distribution de Weibull modifiée a été utilisée pour obtenir une probabilité de 1/2, lorsqu'une valeur de chargement critique  $F_{cr}$  est égale à la valeur de chargement critique moyenne  $F_{cr}^0$  :

$$F \left( \frac{F_{cr}}{F_{cr}^0} \right) = \exp \left( - \ln 2 \left( \frac{F_{cr}}{F_{cr}^0} \right)^m \right) \quad \text{II-32}$$

La fonction de répartition est tracée pour des valeurs de charges critiques obtenues par nanoindentation instrumentée, dans le cas d'Alumine native et de films minces d'Alumine réalisés par oxydation anodique ou évaporation thermique (cf. Figure II-14). Dans cette étude, des modules de Weibull de 2 à 4 ont été obtenus. Ce résultat démontre que ces films minces d'Alumine présentent une forte dispersion sur la taille des défauts. Dans l'étude de [\[CHECHENIN 1995\]](#), on peut

noter que les films d'oxyde d'Aluminium sont déposés selon différentes techniques sur des substrats, ce qui peut entraîner l'apparition de contraintes résiduelles, lesquelles peuvent influencer l'apparition et la propagation des fissures.



**Figure II-14 – Distributions de Weibull pour des Alumines natives et des films d'Alumine obtenues par évaporation thermique (TE) et par oxydation anodique (AO) [CHECHENIN 1995].**

Enfin, les comportements mécaniques des matériaux (élasticité, plasticité, fracture...) ont été présentés dans cette partie, afin de donner les éléments théoriques, permettant l'analyse des résultats expérimentaux présentés dans la suite du manuscrit. Ce premier chapitre bibliographique se poursuit avec la description du contact mécanique. La géométrie du contact macroscopique (présence de singularités ou non), l'influence de la rugosité ou encore des couches sous-jacentes dans les empilements, sont étudiées afin d'analyser les différents types de contacts réalisés lors d'essais de nanoindentation instrumentée ou de microinsertion.

## II.2. Etude bibliographique du contact mécanique

La formation du contact électrique est directement conditionnée par l'interaction mécanique des solides mis en jeu. Or, la mécanique du contact permet de connaître les champs de contraintes et de déformations résultants de la mise en contact de deux corps. De plus, la morphologie du contact dépend essentiellement des propriétés mécaniques des matériaux, mais aussi de la géométrie du contact (présence de singularités) et de la nature de l'interface (rugosité). Cette partie a donc pour objectif de décrire brièvement la théorie du contact mécanique en régime statique (chargement monotone, absence de cycle) et se divise en cinq sous-parties :

- contact entre solides élastiques lisses ;
- contact entre solides élastoplastiques lisses ;
- fracture dans un contact entre solides élastiques lisses ;
- influence de la rugosité sur la surface de contact ;
- influence des couches sous-jacentes dans le cas d'un empilement.

On distinguera le cas d'un contact sans singularité (*i.e.* des solides avec des surfaces courbes) et le cas d'un contact avec singularités (*i.e.* des solides présentant des arêtes ou des coins). Les hypothèses suivantes sont faites pour l'ensemble de cette section sur la mécanique du contact :

- absence d'adhésion ;
- matériaux isotropes ;
- chargement normal (absence de force tangentielle) ;
- absence de frottement.

### II.2.1 Le contact élastique entre deux corps lisses

Dans cette section, les corps en contact sont supposés parfaitement lisses et purement élastiques. L'aire de contact apparente (ou nominale)  $A_n$  ne dépend alors plus que de la force de contact  $F_c$ , de la géométrie des surfaces en contact (présence de singularités) et des propriétés mécaniques des matériaux, à savoir :

- module d'Young ou module élastique  $E$  ;
- le coefficient de Poisson  $\nu$  .

#### II.2.1.1. Contact sans singularité - Modèle de Hertz

Les formules de Hertz [\[HERTZ 1881\]](#) s'appliquent pour des déformations purement élastiques, dans le cas du contact de type sphère/sphère, sphère/plan et barreaux parallèles ou croisés perpendiculaires. Dans le cas d'un contact entre deux sphères élastiques, soumis à une force  $F_c$  (cf. Figure II-15), la théorie de Hertz donne les expressions des grandeurs suivantes [\[JOHNSON 1987\]](#) :

- Le rayon de l'aire de contact élastique, noté  $a_e$  :

$$a_e = \left( \frac{3 R^* F_c}{4 E^*} \right)^{1/3} \quad \text{II-33}$$

- L'écrasement (ou enfoncement) élastique, noté  $\delta_e$  :

$$\delta_e = \frac{a_e^2}{R^*} \quad \text{II-34}$$

- La pression moyenne sur le contact, notée  $\bar{p}_e$  :

$$\bar{p}_e = \frac{F_c}{\pi a_e^2} = \frac{1}{\pi} \left( \frac{4 E^*}{3 R^*} \right)^{2/3} F_c^{1/3} \quad \text{II-35}$$

- La pression maximale (dans l'axe central du contact), notée  $p_{e,\max}$  :

$$p_{e,\max} = \frac{3}{2} \bar{p}_e \quad \text{II-36}$$

- La pression  $p(r)$  le long de l'axe notée  $r$  :

$$p(r) = p_{e,\max} \left( 1 - \left( \frac{r}{a_e} \right)^2 \right)^{1/2} \quad \text{II-37}$$

Avec  $E^*$  le module d'Young réduit et  $R^*$  le rayon réduit :

$$E^* = \left( \frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \right)^{-1} \quad \text{II-38}$$

$$R^* = \left( \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right)^{-1} \quad \text{II-39}$$

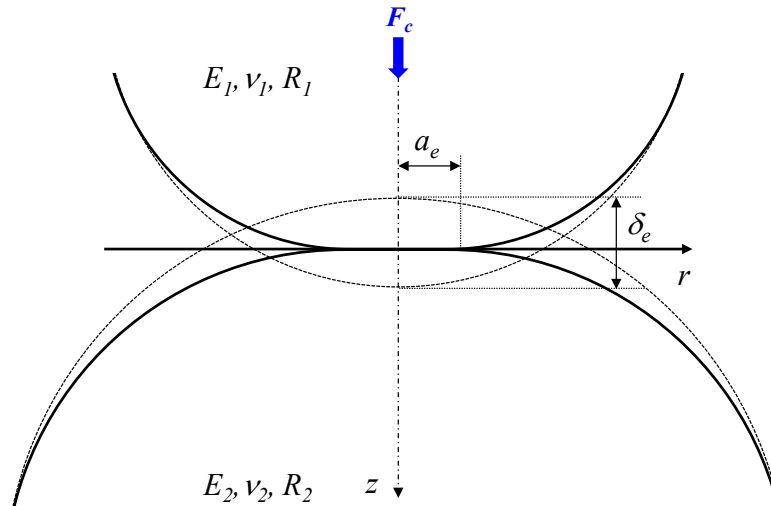


Figure II-15 – Contact élastique parfait entre deux sphères lisses élastiques.

Notons que le cas du contact sphère/plan est un cas particulier du contact sphère/sphère, où le plan est une sphère de rayon infini. Ainsi, le rayon de la sphère est alors égal au rayon réduit  $R^*$ . De même, le contact entre barreaux croisés de même rayon, est équivalent à un contact entre une sphère de même rayon avec un plan (cf. Figure II-16).

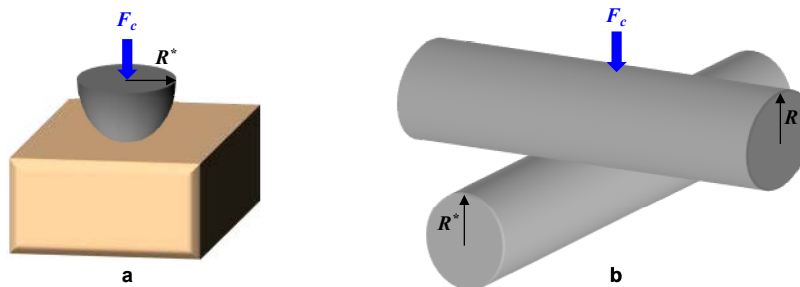


Figure II-16 – Exemples de contacts sans singularité équivalents :  
a) le contact sphère/plan et b) le contact barreaux croisés.

Les profils de contraintes (cf. [Annexe - A](#)), obtenus à partir de la pression de Hertz (cf. Equation II-37) appliquée à une surface circulaire de rayon  $a_e$ , sont tracés à la surface (en fonction de la coordonnée radiale  $r$ ) et dans la profondeur (en fonction de la coordonnée  $z$ ) du contact (cf. Figure II-17). La contrainte radiale est notée  $\sigma_r$ , les contraintes orthoradiales  $\sigma_\theta$  et  $\sigma_z$ , et la contrainte de cisaillement  $\tau_1$ . Notons que l’ensemble des contraintes sont compressives, excepté la contrainte radiale au bord du contact. Elle est d’ailleurs maximale pour  $r = a_e$ . Le long de l’axe  $z$ , la contrainte maximale de cisaillement  $\tau_1 = 0,5|\sigma_z - \sigma_\theta|$  est obtenue à une profondeur équivalente à  $0,48.a_e$  et vaut  $0,31.p_{e,max}$ , pour un matériau avec un coefficient de Poisson de 0,3.

La théorie du contact de Hertz se restreint à des solides avec des surfaces dont les profils sont lisses et continus, par conséquent les contraintes sont finies tout le long du contact. Que se passe-t-il lorsque les solides en contact présentent des singularités géométriques ?

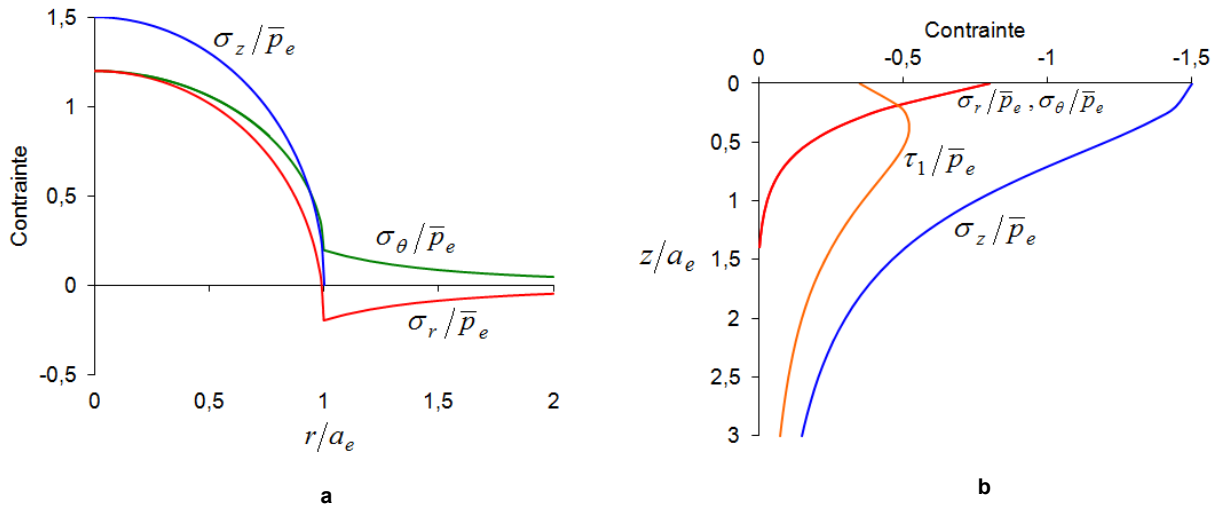


Figure II-17 – Distribution des contraintes a) à la surface et b) le long de l’axe  $z$ , dues à une pression de Hertz (Equation II-37) sur une surface circulaire de rayon  $a_e$ .

#### II.2.1.2. Contact avec singularité

Le modèle de Hertz permet de décrire le contact entre solides dont les profils de surface ne présentent pas de discontinuité géométrique. Or, la compression d’un microinsert ou le contact entre un indenteur pyramidal ou conique avec un matériau par exemple, ne peuvent être décrits par cette théorie, du fait de la présence de singularités géométriques à l’interface de contact.

L’approche classique pour trouver les contraintes et déplacements dans un espace élastique semi-infini, à partir des tractions de surface, est due à la théorie des potentiels développée par [\[CERRUTI 1882\]](#) et [\[BOUSSINESQ 1885\]](#). C’est dans la continuité de ces premiers travaux, que de nombreux auteurs ont développé des modèles pour des contacts avec présence de singularité(s). Dans ce travail de thèse, nous rencontrerons des contacts du type cône/plan ou pyramide/plan et plot cylindrique/plan (cf. Figure II-18). Le contact pyramide/plan est souvent assimilé à un contact cône/plan avec un cône d’angle au sommet équivalent.

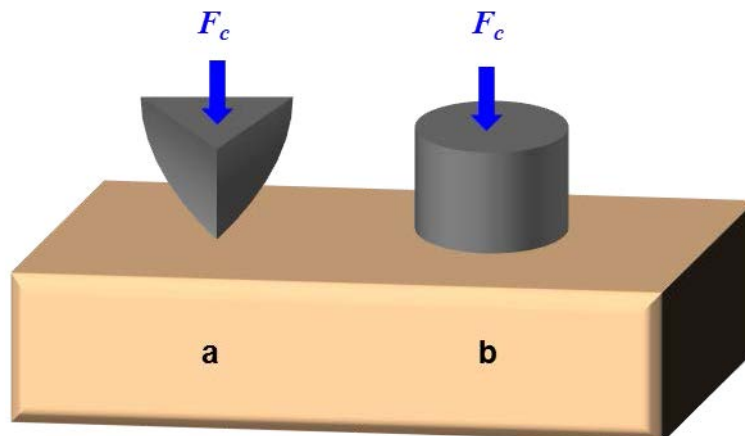


Figure II-18 – Exemples de contacts avec singularité(s) :  
a) le contact pyramide/plan, b) le contact plot cylindrique/plan.

Dans le cas cône/plan, [\[LOVE 1939\]](#) donne la relation entre la force appliquée et le déplacement vertical (Equation II-42), puis la répartition de la pression à l’interface de contact (Equation II-43), pour la pénétration d’un cône d’angle  $\alpha$  élastique dans un solide semi-infini lui aussi élastique (cf. Figure II-19) :



$$F_c = \frac{\pi}{2} a_e^2 E^* \cot \alpha = \frac{2}{\pi} u_z^2 E^* \tan \alpha \quad \text{II-40}$$

$$p(r) = \frac{E^* \cot \alpha}{2} \cosh^{-1}(a_e/r) \quad \text{II-41}$$

De plus, la contrainte principale de cisaillement est maximale au sommet du cône le long de l'axe  $z$  :

$$\tau_{1,\max} = (E^*/\pi) \cot \alpha \quad \text{II-42}$$

Ce premier résultat est généralisé par [\[GALIN 1946\]](#) pour un indenteur arbitraire de forme générale :

$$f(R) = B.R^d \quad \text{II-43}$$

avec  $R$  le rayon de courbure de l'indenteur, et  $B$  et  $d$  des constantes.

Sneddon obtient le même résultat quelques années plus tard avec un cône rigide et donna toutes les composantes des contraintes dans le solide élastique [\[SNEDDON 1948\]](#). Cependant, il apparaît que la pression est théoriquement infinie au sommet du cône pour  $r=0$ . A ce point, les contraintes tangentielles de surface sont données par la relation suivante :

$$\sigma_r = \sigma_\theta = -\frac{1}{2}(1+2\nu)p_{e,\max} \quad \text{II-44}$$

et la contrainte principale de cisaillement est donnée par :

$$\tau_1 = \frac{1}{2} E^* a_e^2 \cot \alpha (a_e^2 + z^2)^{-1} \quad \text{II-45}$$

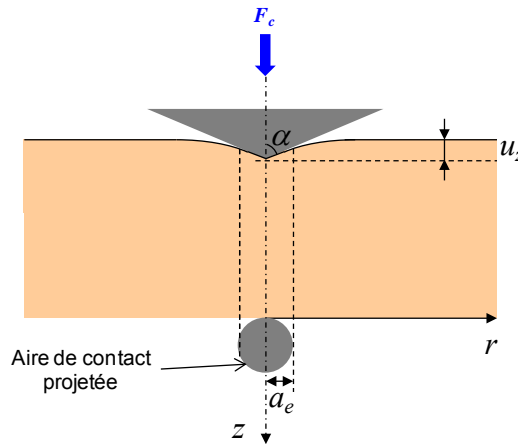


Figure II-19 – Schématisation (vue en coupe) du contact cône/plan.

Sneddon s'intéressa aussi au cas particulier d'un plot cylindrique rigide et plat, pressé contre un solide élastique semi-infini (de module d'Young  $E$  et de coefficient de Poisson  $\nu$ ) (cf. Figure II-20) [\[SNEDDON 1946\]](#). Il donne alors la relation entre la force appliquée et le déplacement vertical :

$$F_c = 2a_e u_z E' \quad \text{II-46}$$

avec  $E'$  le module d'Young réduit du matériau sous le plot cylindrique rigide :

$$E' = \frac{E}{1 - \nu^2} \quad \text{II-47}$$

Notons que le rayon de contact  $a_e$  est ici constant et équivalent au rayon du cylindre plat. A partir des travaux de Sneddon, [\[JOHNSON 1987\]](#) nous donne la répartition de la pression à l'interface de contact, sous le plot cylindrique, avec l'expression suivante:

$$p(r) = p_{e,\max} \left( 1 - \left( \frac{r}{a_e} \right)^2 \right)^{-1/2} \quad \text{II-48}$$

Cette répartition est telle que tous les points de l'interface de contact ont un déplacement uniforme. A partir de cette relation, il est possible de déterminer la valeur du déplacement normal  $u_z$  de n'importe quel point de la surface plane. Le déplacement d'un point situé à l'intérieur de l'aire de contact ( $r \leq a_e$ ) est indépendant de la position sous le plot et se définit par la relation suivante :

$$u_z = \pi(1 - \nu^2) p_{e,\max} \frac{a_e}{E} \quad \text{II-49}$$

Cependant, le déplacement d'un point situé à l'extérieur de l'aire de contact ( $r \geq a_e$ ), dépend de la coordonnée radiale  $r$  et s'exprime selon la formule suivante :

$$u_z(r) = \frac{2(1 - \nu^2)}{E} p_{e,\max} a_e \sin^{-1}(a_e/r) \quad \text{II-50}$$

Les profils de contraintes principales obtenus à partir de la pression à l'interface de contact (II-48) sont donnés [Annexe - B](#). La distribution de pression atteint une valeur théorique infinie (*i.e.* divergence) aux bords du contact ( $r = \pm a_e$ ), du fait de la discontinuité géométrique. [\[NADAI 1963\]](#) a proposé la relation suivante afin de déterminer la contrainte dans le solide semi-infini aux environs du bord du contact :

$$\sigma_r + \sigma_\theta \approx \frac{2F_c}{\pi(2a_e x)^{1/2}} \sin(\theta/2) \quad \text{II-51}$$

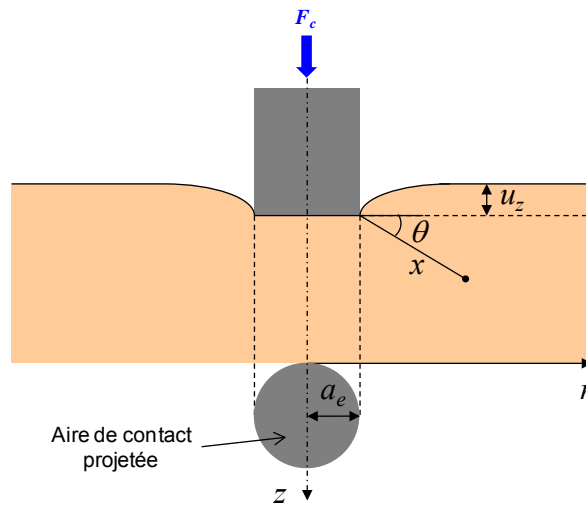


Figure II-20 – Schématisation (vue en coupe) du contact plot cylindrique/plan.

De plus, dans notre cas d'étude, le plot en contact n'est pas infiniment rigide (microinsert en Nickel). C'est pour cela qu'il est intéressant d'envisager le cas d'un contact entre un plot cylindrique élastique et un plan élastique semi-infini. Pour ce cas de figure, il n'existe pas de modèle analytique exact. Cependant, une solution approchée a été développée par [\[DIOP 2009\]](#), en adaptant le modèle de contact en contraintes planes de [\[JORDAN 1999\]](#), au cas axisymétrique correspondant au contact plot cylindrique/plan. Dans ce cas, la distribution de pression à l'interface est donnée par :

$$p(r) = \frac{F_c(1-\lambda)}{\pi a_e^2 (a_e^2 - r^2)^\lambda} \quad \text{II-52}$$

où  $\lambda$  est une constante qui peut être déterminée à partir de l'équation suivante :

$$\tan(\pi(1-\lambda))\sin(\pi(1-\lambda)) + e \left\{ 1 - \cos[\pi(1-\lambda)] - 2(1-\lambda)^2 \right\} = 0 \quad \text{II-53}$$

où  $e$  est le rapport des modules de Young du cylindre et du plan. Le paramètre  $\lambda$  varie entre 0 et 1/2. Notons que d'autres cas de figure ont été étudiés, notamment pour des angles entre la singularité et la surface de contact différents de 90°, avec les travaux de [\[DUNDURS 1972\]](#) pour un contact sans friction et [\[GDOUTOS 1975\]](#) et [\[COMNINOU 1976\]](#) avec la prise en compte de la friction. Enfin, certains auteurs ont également cherché à modéliser ce type de contact en prenant en compte la rugosité du plot [\[EASON 1960\]](#) et [\[LEE 1970\]](#).

Après avoir vu la théorie du contact élastique, la section qui suit se consacre à l'étude du contact élastoplastique entre deux corps lisses.

## II.2.2 Contact élastoplastique entre deux corps lisses

Avec l'augmentation de la force de contact, une déformation élastoplastique a lieu, à l'endroit où les contraintes principales satisfont aux critères de Tresca ou de von Mises, qui limite la différence maximale des contraintes à la limite élastique  $\sigma_e$  [\[JOHNSON 1987\]](#).

Dans le cas d'un contact sphère/plan, la contrainte maximale est atteinte sous la surface le long de l'axe de symétrie. La contrainte maximale de cisaillement  $|\sigma_z - \sigma_r|$  se situe à une profondeur équivalente à  $0,48.a_e$  et vaut  $0,62.p_{e,\max}$ , pour un matériau avec un coefficient de Poisson de 0,3. Ainsi, avec les critères de Tresca et von Mises, la déformation plastique apparaît pour une pression moyenne  $p_m$  équivalente à :

$$p_m = 1,1.\sigma_e \quad \text{II-54}$$

Ainsi, en combinant la relation II-54, avec les formules II-35 et II-36, on obtient l'expression de la force correspondante au début du régime plastique :

$$F_c = \frac{\pi^3}{6} \left( \frac{R}{E^*} \right)^2 (1,6.\sigma_e)^3 \approx 21,2 \left( \frac{R}{E^*} \right)^2 \sigma_e^3 \quad \text{II-55}$$

La transition élastoplastique s'achève pour une force de contact cinq fois supérieure [\[JOHNSON 1987\]](#).

Dans le cas de l'indentation d'un matériau par un cône (cf. Figure II-21), le début de la déformation plastique apparaît, selon [\[JOHNSON 1987\]](#), pour une contrainte moyenne de :

$$p_m = 0,5.\sigma_e \quad \text{II-56}$$

Or, la déformation plastique se décompose en une déformation radiale et une déformation tangentielle. Ainsi, afin de décrire l’expansion de la zone plastique sous un indenteur conique, Johnson a développé un modèle, appelé modèle de cavité sphérique (cf. Figure II-21), s’appuyant sur ces deux modes de déformation [\[JOHNSON 1987\]](#).

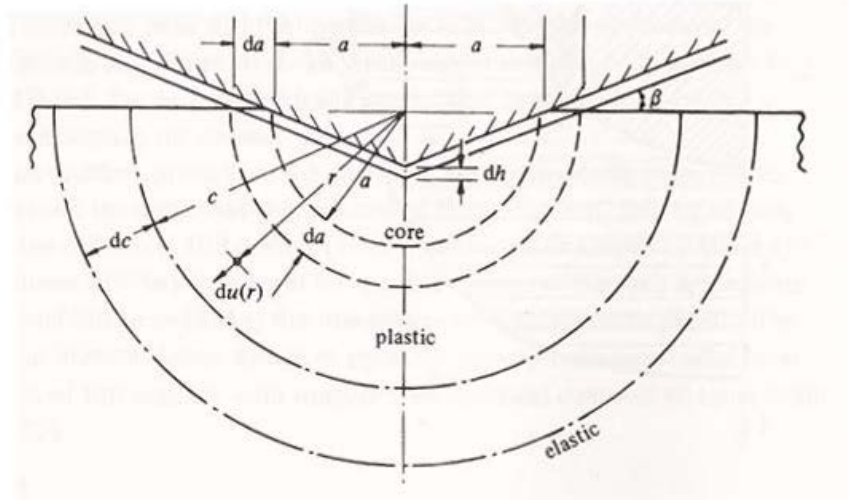


Figure II-21 – Modèle de cavité sphérique [\[JOHNSON 1987\]](#).

Dans ce modèle, Johnson prévoit l’apparition d’un noyau hémisphérique de pression hydrostatique  $p_m$  de rayon  $a$ . Cette zone est entourée d’une deuxième région hémisphérique de rayon  $c$  en déformation plastique dont la contrainte principale est radiale et comprise entre  $p_m = C.\sigma_e$  et  $\sigma_e$ , où  $C$  est un coefficient dépendant de la géométrie du cône et de la friction à l’interface. A l’extérieur de cette zone, la déformation du matériau est considérée comme purement élastique. L’évolution de la zone plastique est alors donnée par la relation suivante :

$$\frac{c}{a} = \left( \frac{\varepsilon \cdot 4(1-2\nu)}{6(1-\nu)} \right)^{1/3} \quad \text{II-57}$$

avec  $\varepsilon$ , défini comme étant la déformation d’indentation sans dimension, par :

$$\varepsilon = \frac{E^* \cdot \tan \beta}{\sigma_e} = \frac{E^*}{\tan \alpha \cdot \sigma_e} \quad \text{II-58}$$

Il est possible d’étendre ce modèle au cas sphérique, avec cependant un angle équivalent  $\beta$  (défini comme le rapport de la profondeur de contact sur le rayon de contact), non constant au cours de la pénétration. La déformation d’indentation s’exprime alors différemment:

$$\varepsilon = \frac{E^* \cdot a}{\sigma_e \cdot R} \quad \text{II-59}$$

On considère que le régime purement plastique est atteint pour une pression hydrostatique moyenne  $p_m$  d’environ  $3\sigma_e$  [\[TABOR 1951\]](#), que l’on définit comme la dureté  $H$  du matériau. Cette pression moyenne est obtenue pour des valeurs de  $\varepsilon$  d’environ 30 pour un cône et 40 pour une sphère. Cependant, ce raisonnement n’est correct que pour un matériau élastique parfaitement plastique (coefficient d’écoulement nul). Dans le cas plus réel d’un matériau élastoplastique (coefficient d’écoulement non nul), il a été démontré qu’il est possible d’appliquer les résultats obtenus, en remplaçant la limite élastique  $\sigma_e$  par une contrainte d’écoulement dite

« représentative », notée  $\sigma_R$  [TABOR 1951]. Cette contrainte  $\sigma_R$  (encore notée  $Y$ ) est alors mesurée en simple compression pour une déformation représentative  $\varepsilon_R$ , équivalente dans le cas d'un cône à :

$$\varepsilon_R \approx 0,2 \tan \beta \quad \text{II-60}$$

et dans le cas d'un indenteur sphérique, à :

$$\varepsilon_R \approx 0,2 a/R \quad \text{II-61}$$

Ainsi, une bonne corrélation a été observée entre la théorie pour un matériau élastique parfaitement plastique, et les résultats expérimentaux obtenus avec des matériaux ayant un coefficient d'érouissage non nul (cf. Figure II-22). L'évolution du coefficient  $C$  en fonction de  $\varepsilon$  est donnée dans le cas de contacts cône/plan et sphère/plan par [JOHNSON 1987].

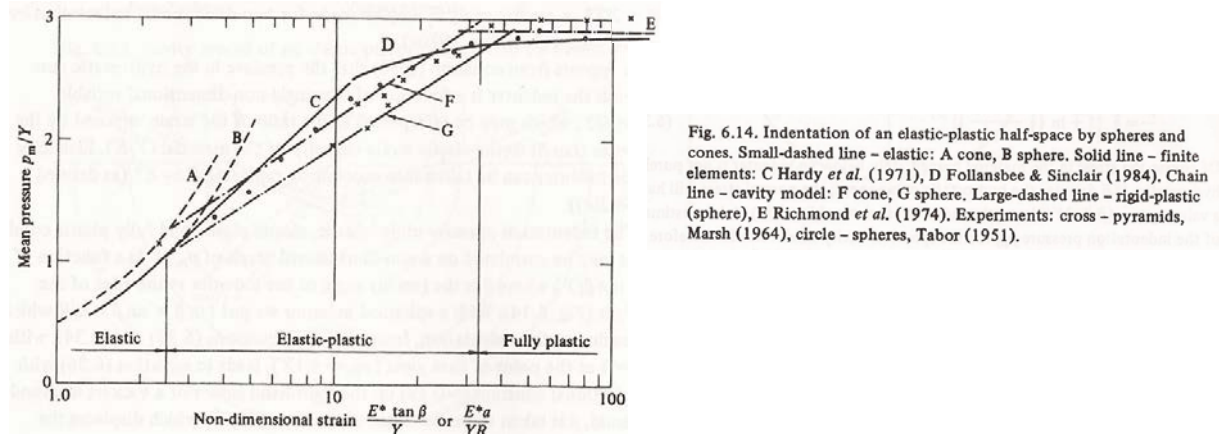


Figure II-22 – Indentation de solides élastoplastiques semi-infinis, par des sphères et des cônes [JOHNSON 1987].

Des travaux plus récents ont permis de définir le rayon  $c$  de la zone plastique dans le solide sous l'indenteur, à partir du modèle de cavité sphérique de Johnson, en fonction de la force appliquée et de la limite élastique du matériau [ZIELINSKI 1993] :

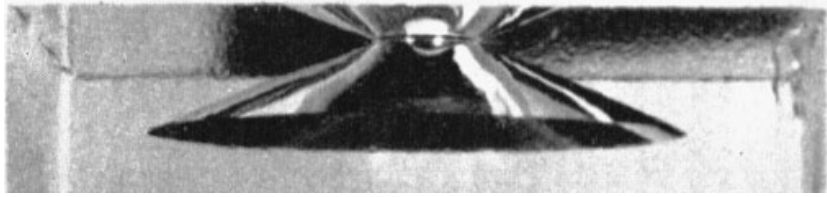
$$c = \sqrt{\frac{3F_c}{2\pi\sigma_e}} \quad \text{II-62}$$

Les modèles de contact élastique et plastique présentés auparavant ont été développés pour des solides supposés semi-infinis. En réalité, les matériaux utilisés dans notre cas sont sous forme de couches minces déposées sur un substrat massif. Ainsi, lors d'essais de nanoindentation instrumentée ou de microinsertion, les propriétés mécaniques du substrat ou des couches sous-jacentes (dans le cas d'empilements) influencent grandement les mesures. Cela nous oblige à prendre ce paramètre en considération dans l'analyse et la modélisation des différents résultats de caractérisation mécanique des matériaux, présentées au chapitre IV. Par ailleurs, ces modèles sont valables dans le cas de matériaux ayant un comportement élastoplastique, mais que se passe-t-il dans le cas d'un matériau fragile comme une céramique (*e.g.* l'Alumine) par exemple ?

### II.2.3 Contact fragile entre deux corps lisses

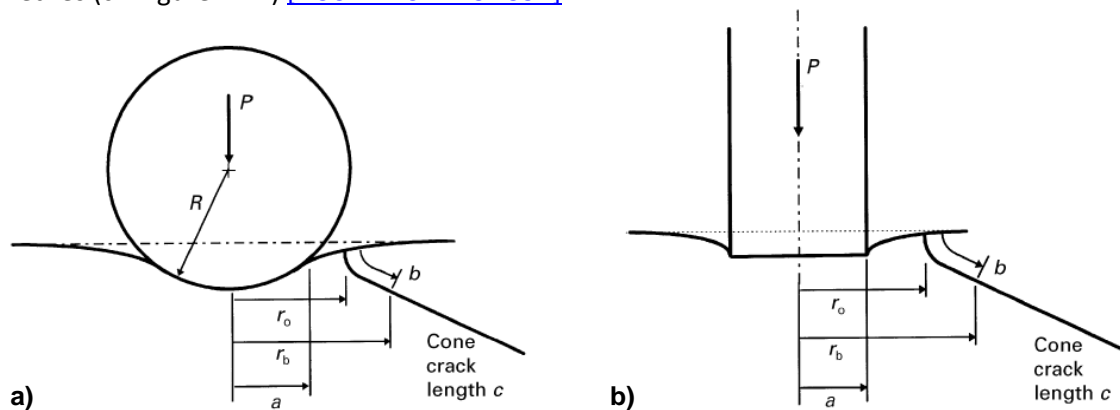
La fracture du verre a été étudiée en détail dans le cas d'un contact sphère-plan par Hertz en 1881. Hertz a constaté l'apparition d'une fissure conique avec une forme caractéristique, se formant dans le verre après chargement par une sphère rigide et dure. Ce type de fissure est couramment

appelé cône de Hertz. Le même type de fissure a été observé dans le cas d'un contact cylindre plat-plan (cf. Figure II-23) [ROESLER 1956].



**Figure II-23 – Observation latérale d'un cône de Hertz à la surface d'un échantillon plan de verre, après chargement (40kN) par un cylindre plat [ROESLER 1956].**

En 1891, Auerbach nota qu'une telle fissure apparaît pour une force critique directement proportionnelle au rayon de la sphère. La relation alors obtenue est appelée loi d'Auerbach. Cependant, il semble que cette loi soit en contradiction avec le critère de Griffith (bilan énergétique) pour la croissance des fissures (cf. § II.1.3). Les tentatives pour expliquer la loi d'Auerbach en termes de dispersion statistique des tailles des défauts de surface ont en grande partie échoué [HAMILTON 1970]. En 1967, Frank et Lawn propose une analyse énergétique de la fracture, indépendante de la statistique des défauts de surface. Ces travaux ont ensuite été étendus en 1984 par Mouginot et Maugis [MOUGINOT 1985]. Et c'est en 1994, que Fischer-Cripps et Collins [FISCHER-CRIPPS 1994] montrent que la probabilité d'initiation d'une fissure conique par contact hertzien, dans un échantillon avec une distribution de défauts de surface donnée, ne peut être déterminée que par une analyse combinée de l'équilibre énergétique avec la statistique des défauts de surface. De ces travaux découlent des formules permettant de remonter à la force critique  $F_{cr}$  pour les différentes géométries (cf. Figure II-24) [FISCHER-CRIPPS 1997].



**Figure II-24 – Exemples de contacts fragiles entre deux corps lisses :  
a) contact sphère-plan et b) contact cylindre plat-plan [FISCHER-CRIPPS 1997].**

Cependant, ces modèles de fissurations sont uniquement valables dans le cas de matériaux massifs. Or, dans notre étude, nous nous intéressons à la fissuration de l'oxyde natif d'Aluminium à la surface d'un substrat d'Al(Cu), et ce afin de comprendre les mécanismes de fracture à l'origine de la formation du contact électrique à l'interface de contact entre un insert de Nickel et le film d'Aluminium.

De nombreux auteurs ont cherché à comprendre la fracture de couches minces de matériaux fragiles présents à la surface de substrat élastoplastique. Parmi eux, Pajares a travaillé sur l'endommagement d'une couche d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  (40%) -  $\text{TiO}_2$  (cf. Figure II-25) [PAJARES 1996]. Il est possible de voir la correspondance entre les localisations des fissures dans le dépôt avec les contraintes principales de tractions (à droite), et entre les zones plastiques avec les contraintes de cisaillement dans le dépôt et le substrat [LAWN 1998].



Or, les travaux de Pajares ont été effectués en utilisant un film fragile épais d'environ 500 $\mu$ m, et dans notre cas, le film d'oxyde natif ne fait que quelques nanomètres. L'influence de l'épaisseur du film fragile sur les mécanismes de fracture a été constatée au travers de nombreuses études. En effet, Lawn propose différents scénarios de fissuration selon l'épaisseur du film fragile (cf. Figure II-26) [LAWN 2003]. Si la couche fragile est très fine, les contraintes à l'interface avec le substrat deviennent importantes, et des fissures apparaissent, voire des phénomènes de délamination. Citons par exemple les travaux de [HE 1989] et [SUO 1990] sur la propagation de fissures à l'interface entre deux matériaux élastiques. Enfin, depuis de nombreuses années, les simulations par MEF<sup>1</sup> connaissent une certaine popularité dans la modélisation de ce genre de problèmes [WEPPELMANN 1996], [SOUZA 1999], [ABDUL-BAQUI 2001], [SOUZA 2001 1], [SOUZA 2001 2], [ABDUL-BAQUI 2002], [SRIRAM 2003], [VANIMISETTI 2006] et [FAN 2011]. Ces modèles seront présentés de manière plus détaillée dans le chapitre IV.

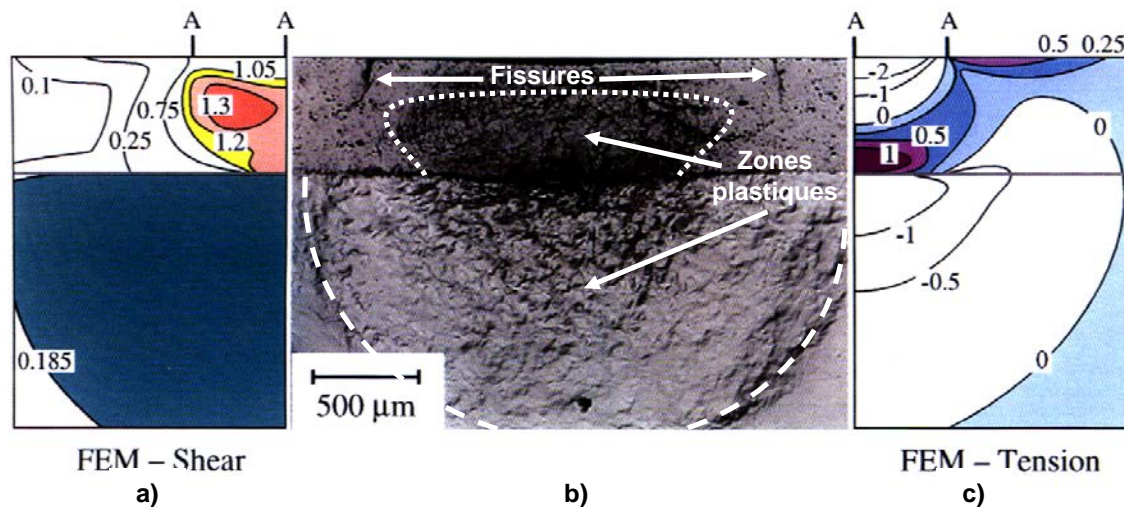


Figure II-25 – Etude de la dégradation d'un contact Hertzien, entre une sphère en WC ( $R = 3,18\text{mm}$ ) et un dépôt d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  (40%) -  $\text{TiO}_2$  déposé sur de l'acier, à une force de 1,5kN, avec : a) répartition des contraintes de cisaillement obtenues par MEF, b) vue en coupe (MEB) et c) répartition des contraintes de traction obtenues par MEF [PAJARES 1996] et [LAWN 1998].

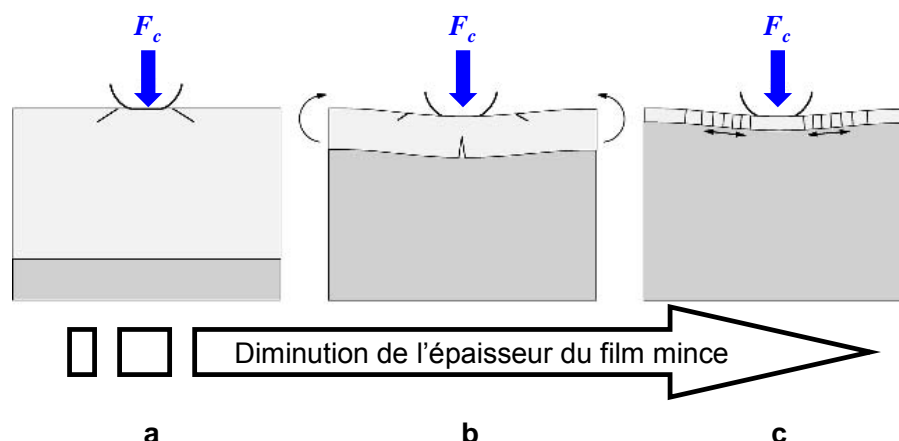


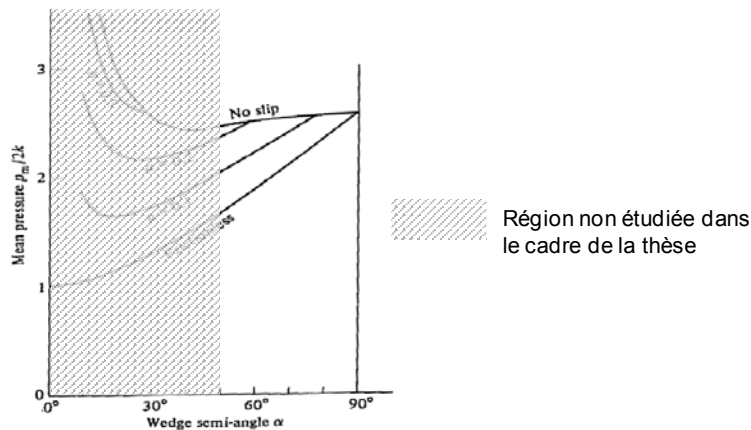
Figure II-26 – Schématisation d'un contact entre une sphère et une structure bicouche, composée d'une couche fragile d'épaisseur variable sur un substrat souple, avec évolution des mécanismes de fissuration selon l'épaisseur de la couche fragile : a) fissure conique en surface, b) fissure annulaire en surface avec fissure radiale à l'interface de contact et c) fissures concentriques dans toute l'épaisseur du film fragile [LAWN 2003].

<sup>1</sup> MEF : Méthode par éléments finis ou FEM en anglais pour finite element method

Enfin, notons que la fragilité des matériaux est souvent explorée au travers d’essais d’indentation réalisés à l’aide de pénétrateurs pyramidaux (indenteur Vickers d’angle apical  $68^\circ$  ou encore l’indenteur coin-cube ou « cube corner » en anglais, d’angle apical  $35,26^\circ$ ...). Ce type d’essai permet de quantifier l’énergie nécessaire pour créer des fissures dans le matériau et donc de remonter à la ténacité de celui-ci (cf. § II.1.3) [LAWN 1977], [LAWN 1982] et [LI 1997]. Cependant, nous n’utiliserons pas ce genre de caractérisation, car nous focaliserons notre attention sur la fracture de l’Alumine native sous le microinsert de Nickel (contact cylindre plat-plan) et à l’échelle de la rugosité de surface, où une aspérité est alors assimilée à une sphère (contact sphère-plan).

#### II.2.4 Influence de la friction

La friction est décrite comme une interaction qui tend à s’opposer au mouvement relatif entre deux solides en contact. Or, les différents modèles de contact étudiés jusqu’à présent sont donnés avec l’hypothèse d’une absence de friction. En réalité, celle-ci peut influencer grandement les modes de déformation des matériaux en contact, dans le cas de l’indentation par exemple (cf. Figure II-27) [JOHNSON 1987] et [BEGLEY 1999]. Il est donc intéressant de se poser la question de l’importance à donner à la friction dans les contacts réalisés par microinsertion ou indentation.



**Figure II-27 – Evolution de la pression moyenne dans le cas d’un contact entre un coin rigide avec un espace semi-infini rigide parfaitement plastique, en fonction du demi-angle au sommet  $\alpha$  [JOHNSON 1987].**

Le coefficient de friction, noté  $\mu$ , se définit comme étant le rapport de la traction tangentielle  $q$  sur la pression normale  $p$ . Ce coefficient est une constante sans dimension, propre à la géométrie du contact (comme l’angle  $\alpha$ , demi-angle au sommet d’un cône par exemple...) et aux matériaux mis en jeu (rugosité de surface, propriétés mécaniques...). Il est nul pour un contact sans friction.

Dans notre cas d’étude, l’angle  $\alpha$  pour le contact plot cylindrique/plan est égal à  $90^\circ$  et pour les contacts réalisés en indentation (sphère/plan ou cône/plan), les angles  $\alpha$  sont supérieurs à  $50^\circ$ . Il apparaît selon les résultats donnés par [JOHNSON 1987], que l’influence du coefficient de friction sur la pression moyenne est moindre aux angles supérieurs à  $50^\circ$  (cf. Figure II-27). Ainsi, les analyses et modélisations dans les prochains chapitres seront faites sans tenir compte du phénomène de friction, dans un souci de simplification du problème.

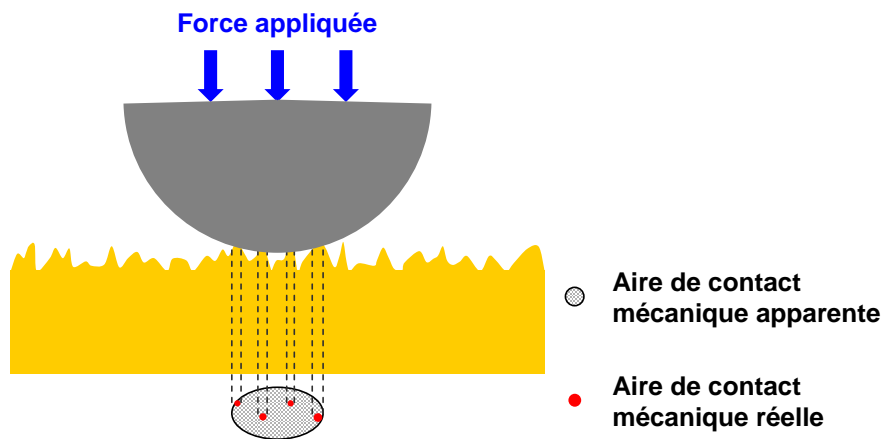
#### II.2.5 Le contact mécanique entre deux corps rugueux

Les dépôts de films minces utilisés en microélectronique semblent parfaitement lisses à l’échelle macroscopique, mais présentent des surfaces rugueuses à l’échelle nanométrique. Ainsi,



lors de la mise en compression de deux films minces, la surface réelle de contact ne représente qu'une faible fraction de l'aire de contact apparente, laquelle est fonction de la force appliquée et de la géométrie macroscopique du contact (cf. Figure II-28). Le nombre et la taille de ces spots de contact dépendent des propriétés mécaniques des matériaux, mais aussi surtout de la rugosité des matériaux.

De nombreux modèles ont été développés afin de décrire le comportement du contact entre surfaces rugueuses. Nous pouvons citer les travaux d'Abbott et Firestone, lesquels ont développé un modèle très utilisé dans le cas d'un contact entièrement plastique. Leur modèle se base sur l'hypothèse d'un contact entre une surface rugueuse et une surface lisse et les aspérités sont aplaties sur la surface lisse sans aucun changement de forme des parties non en contact [ABBOTT 1933].



**Figure II-28 – Définition des aires de contact entre un corps sphérique lisse et un solide rugueux.**

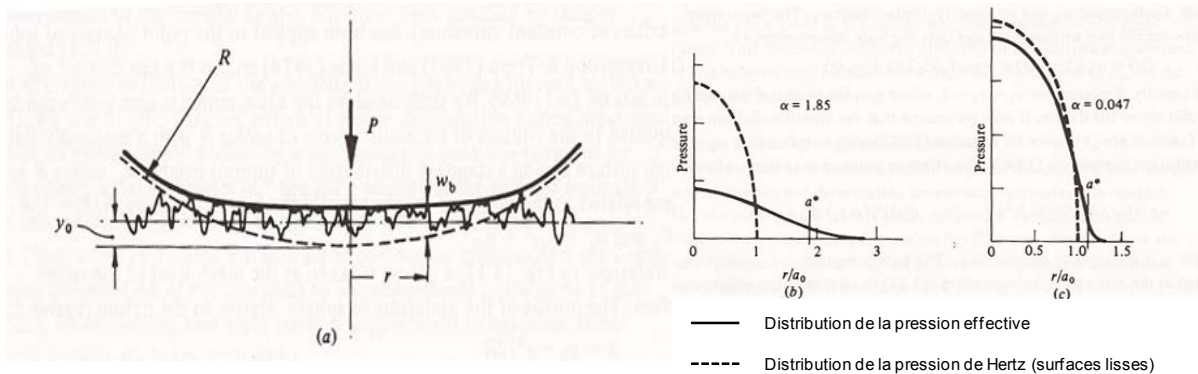
C'est à partir de leurs travaux, que Greenwood et Williamson [GREENWOOD 1 1966] ont abouti à une modélisation statistique du contact rugueux. Ici, les surfaces considérées comportent un grand nombre d'aspérités supposées élastiques, sphériques à leur sommet, et n'interagissant pas entre elles. La distribution en hauteur de ces sommets permet, pour une séparation  $d$  entre les surfaces en regard, d'estimer la probabilité qu'a une aspérité d'être en contact. Dans le cas du contact sphère-plan (cf. Figure II-28), les travaux de [GREENWOOD 1984] ont permis de démontrer que l'influence de la rugosité de surface sur l'évolution de la pression dépend principalement d'un seul paramètre sans dimension  $\alpha$ , tel que :

$$\alpha = \frac{s_s}{\delta_e} = \frac{s_s \cdot R}{a_e} \quad \text{II-63}$$

où  $\delta_e$  et  $a_e$  sont respectivement l'enfoncement et le rayon de la zone de contact élastique obtenus à l'aide de la théorie de Hertz.  $s_s$  représente l'écart-type combiné des distributions en hauteur des sommets. Pour des faibles valeurs de  $\alpha$  (i.e. inférieures à 0,05), la déformation des aspérités est faible comparée à la déformation apparente. À l'opposé, si  $\alpha$  est grand, l'influence des aspérités est significative et la pression de contact est réduite en amplitude, mais étalée sur une plus large surface (cf. Figure II-29). Ce paramètre a été introduit dans un souci de simplification, pour prendre en compte l'influence de la rugosité à l'échelle macroscopique.

Par ailleurs, de nombreux auteurs ont cherché à étendre le modèle de Greenwood et Williamson, en prenant en compte certains paramètres comme par exemple : la géométrie macroscopique du contact [GREENWOOD 1967], [GREENWOOD 1971] et [MIKIC 1974], la transition élastoplastique [CHANG 1987], [ZHAO 1 2000], [ZAHOUANI 2001], [ABDO 2005], [JACKSON 2006], les

phénomènes d'adhésion [SAHOO 1 2005], l'interaction entre aspérités [SAHOO 2 2005], ou encore la friction avec [ABDO 2006] et [MYSHKIN 2009].



**Figure II-29 (a) Contact entre une sphère lisse élastique avec une surface rugueuse (répartition statistique) (b) et (c) Evolution de la pression à la surface du contact pour différentes valeurs de  $\alpha$  [JOHNSON 1987].**

Une autre approche analytique très utilisée consiste à décrire la rugosité des surfaces de manière fractale (autosimilaire) ou autoaffine [KOGUT 2006]. En d'autres termes, la surface rugueuse est supposée être constituée d'aspérités, elles-mêmes surmontées d'aspérités plus petites, et ainsi de suite. Cependant, toutes les surfaces ne vérifient pas ce caractère et de fait, ce type de modélisation n'est pas toujours applicable.

La meilleure méthode pour caractériser la rugosité de surface est encore la mesure par microscopie à force atomique (AFM). Nous pouvons citer, à titre d'exemple, les travaux de thèse de Duvivier, qui ont conduit au développement d'un algorithme permettant de décrire à partir de mesures AFM, la répartition des rugosités de surface en termes de hauteur et rayons d'aspérités [DUVIVIER 2011]. En outre, il est possible d'importer directement la topographie réelle de surface dans des simulations en éléments finis [PENNEC 2009] et [ARRAZAT 2012]. Ainsi, les approches numériques deviennent de plus en plus employées pour étudier le contact rugueux en trois dimensions avec la rugosité réelle des surfaces [BUCZKOWSKI 2009].

Enfin, le contact mécanique a été décrit en prenant en considération l'influence des propriétés mécaniques des matériaux, de la géométrie du contact (présence d'une singularité, film mince...) ou encore de l'état de surface (rugosité, friction...). Ainsi, les caractérisations mécaniques et morphologiques des matériaux sont essentielles, afin de modéliser le contact mécanique durant un essai de microinsertion ou d'indentation. Une analyse fine du contact mécanique sera alors réalisée au chapitre V, et permettra d'établir les mécanismes de formation du contact électrique. Cependant, il est indispensable de proposer dans un premier temps, un état de l'art de la physique du contact électrique.

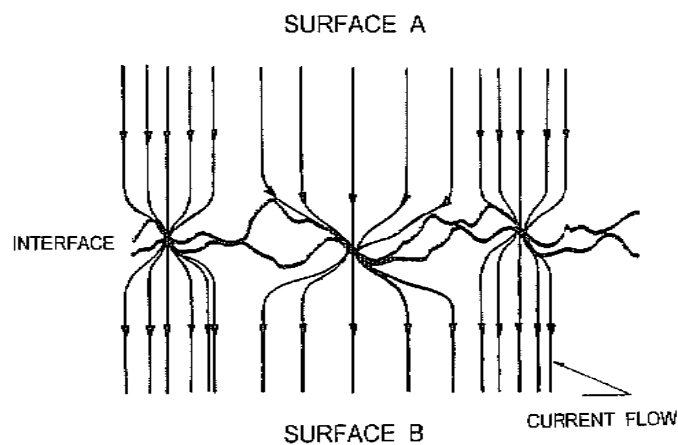
### II.3. Etude bibliographique du contact électrique

Un contact électrique est caractérisé par la résistance qu'il introduit dans le circuit. En général, on souhaite cette résistance plus faible possible. L'évolution de cette résistance électrique de contact lors de l'étape de microinsertion est directement pilotée par la morphologie du contact (géométrie macroscopique du microinsert, rugosité de surface, présence d'un oxyde à l'interface, film mince...), la force appliquée et les propriétés mécaniques des matériaux. Ce chapitre a pour objet de présenter la physique du contact électrique, en fonction de ces différents paramètres. La résistance électrique de contact est notée  $R_{EC}$  dans la suite du manuscrit.

### II.3.1 Notions sur la résistance électrique de contact

Le contact électrique entre deux matériaux apparaît au niveau de spots discrets, se formant au niveau du contact mécanique entre les aspérités présentes à la surface des matériaux (cf. Figure II-30). L'aire réelle de contact mécanique ne représente alors qu'une faible fraction de l'aire de contact apparent et dépend directement de la répartition des rugosités et de leurs modes de déformation (cf. § II.1).

Dans le cas d'une jonction entre matériaux massifs, les lignes de courants électriques se distordent au niveau des spots de contact (cf. Figure II-30). Ce phénomène de constriction des lignes de courant tend à augmenter la résistance électrique totale. De plus, la taille, la densité et la répartition de ces spots de contact, gouvernent le mode de transport électronique et la valeur totale de cette résistance de constriction notée  $R_C$ .



**Figure II-30 – Représentation schématique d'une interface électrique entre matériaux massifs**  
[SLADE 1999].

Par ailleurs, les surfaces des matériaux sont très souvent recouvertes d'un film isolant (oxyde, pollution organique, etc.). C'est pourquoi, l'interface de contact ne devient conductrice qu'avec la formation de jonctions métalliques, localisées aux endroits où le film isolant s'est rompu. Ainsi, l'aire de contact électrique est nettement plus petite que l'aire réelle de contact mécanique. Par conséquent, la présence de ce film isolant induit une résistance électrique supplémentaire, notée  $R_{film}$ , laquelle tend aussi à augmenter la résistance électrique totale.

Finalement, la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ), telle qu'elle est définie couramment, est la somme de deux principales résistances : la résistance de constriction ( $R_C$ ) et la résistance du film isolant à la surface du matériau ( $R_{film}$ ) :

$$R_{EC} = R_C + R_{film} \quad \text{II-64}$$

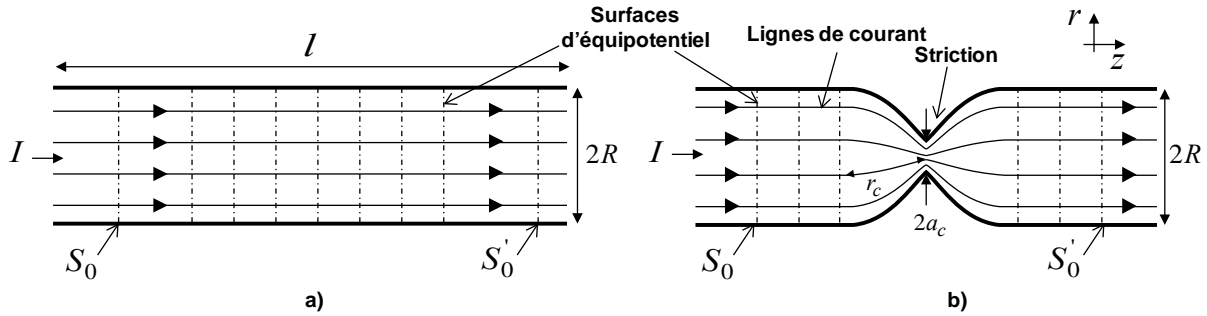
### II.3.2 Résistance électrique de constriction

Avant de pouvoir définir la résistance électrique de constriction, il est d'abord nécessaire de définir la notion de « tube de courant ». Il s'agit d'un tube de longueur  $l$ , dont les parois latérales ne dissipent aucune énergie thermique, constitué d'un milieu conducteur supposé homogène, de résistivité électrique uniformément constante  $\rho$  à la température ambiante  $T_0$ , où l'entrée et la

sortie de courant se font par deux extrémités de surfaces  $S_0$  et  $S'_0$ , sur lesquelles le potentiel électrique est déterminé [FECHANT 2003] (cf. Figure II-31). La résistance apparente est alors définie par :

$$R_0 = \frac{V(S_0) - V(S'_0)}{I} = \rho \frac{l}{S_0} \quad \text{II-65}$$

La résistance électrique de constriction est due au resserrement du diamètre de la section de contact, encore appelée striction (cf. Figure II-31). Elle peut être considérée comme une résistance supplémentaire s'ajoutant à celle du contact qui conduirait intégralement par sa surface apparente, sans aucune constriction des lignes de courant, autrement dit  $R_0$ .



**Figure II-31 – Schématisation de la distribution des lignes de courant dans : a) un « tube de courant » et b) dans une striction circulaire de rayon  $a_c$ .**

Le gradient de potentiel à l'intérieur de la région de constriction est bien plus important qu'en dehors. Dans le cas d'une constriction « longue » ( $a_c \ll R$  et  $a_c \ll r_c$ ,  $r_c$  étant la distance entre la striction et la première surface d'équipotentiel),  $R_0$  est négligeable par rapport à la résistance de constriction  $R_C$ . Par contre, pour une constriction limitée à une distance comparable au rayon de la striction,  $R_0$  n'est plus négligeable et on parle de constriction « courte » [HOLM 1999]. Dans la suite de cette partie, on se placera toujours dans le cas d'une constriction « longue ».

La résistance de constriction a été définie par Holm, par analogie avec un problème d'électrostatique (équation de Laplace) résolu par Maxwell [MAXWELL 1873] et en supposant la striction comme une ellipsoïde circulaire de rayon  $a_c$ . La relation alors obtenue pour un matériau homogène de résistivité électrique uniformément constante  $\rho$  s'exprime selon l'équation suivante :

$$R_{C(M)} = \frac{\rho}{2a_c} \quad \text{II-66}$$

Dans le cas d'un contact entre matériaux de résistivités différentes, la relation suivante sera utilisée :

$$R_{C(M)} = \frac{\bar{\rho}}{2a_c} = \frac{(\rho_1 + \rho_2)}{4a_c} \quad \text{II-67}$$

Par ailleurs, la densité de courant le long du rayon de contact dans ce cas est donnée par :

$$J(r) = \frac{I}{2\pi a_c} \frac{1}{\sqrt{a_c^2 - r^2}} \quad \text{II-68}$$

Elle révèle que la densité de courant est plus importante sur les bords du contact. Son intégration démontre que seulement la moitié du courant s'écoule à travers un disque de diamètre  $0,866 a_c$ .

Quand la constriction ne peut plus être considérée comme « longue », par exemple si le rayon du tube de courant est inférieur à vingt fois celui de la striction ( $R < 20a_c$ ), le modèle de la tige cylindrique [COOPER 1969] peut s'appliquer :

$$R_C(C) = \frac{\rho}{2a_c} \left( 1 - \frac{a_c}{R} \right)^{3/2} \quad \text{II-69}$$

Il est intéressant de remarquer que les modèles présentés jusqu'ici supposent la striction bidimensionnelle (*i.e.* épaisseur nulle). Or, dans le cas d'un contact métallique au travers d'une fissure dans un film isolant, la longueur de la striction n'est plus négligeable (cf. Figure II-32). Au premier ordre, elle est équivalente à l'épaisseur cumulée des films isolants. Dans le cas de l'Aluminium par exemple, l'oxyde natif a une épaisseur de 3 à 4nm à température ambiante, ce qui fait pour un contact Al-Al des longueurs de striction de l'ordre de 6 à 8nm. L'influence de cette longueur notée  $l_s$ , ainsi que celle du rayon  $a_c$  de la striction sont étudiées dans la section suivante. Enfin, il ne faut pas oublier d'ajouter à la résistance de constriction, la résistance du « tube de courant », de longueur  $l$  sans striction (cf. Equation II-65).

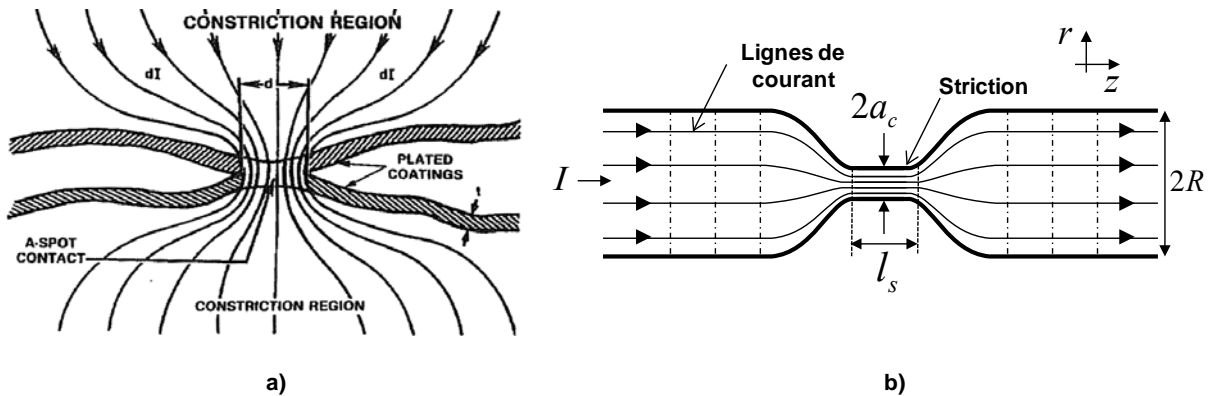


Figure II-32 – a) Illustration schématique d'un spot de contact électrique obtenue dans le cas de surfaces recouvertes de films isolants [SLADE 1999] et b) schématisation de la distribution des lignes de courant dans une striction circulaire de rayon  $a_c$  et de longueur  $l_s$ .

### II.3.3 Influence de la taille des spots de contact

En réalité, trois mécanismes de transport électronique peuvent intervenir dans un contact élémentaire [SLADE 1999]. Afin de déterminer quel mécanisme survient dans un spot de contact, le libre parcours moyen des électrons, noté  $\overline{l_{pm}}$ , est comparé au rayon  $a_c$  et à la longueur  $l_s$  de la striction. Le  $\overline{l_{pm}}$  des électrons dans les métaux est en général de quelques nanomètres à quelques dizaines de nanomètres. Il se calcule à partir de la relation suivante [ASHCROFT 1976] :

$$\overline{l_{pm}} = v_f \cdot \tau \quad \text{II-70}$$

avec  $v_f$  la vitesse de Fermi, prise comme une mesure typique de la vitesse électronique, et  $\tau$  le temps de relaxation des électrons (ou temps de relaxation de Drude). On obtient à l'aide de la relation II-70 pour l'Aluminium une valeur de  $\overline{l_{pm}}$ , à température ambiante, d'environ 16nm et pour

le Nickel de 6nm. Ainsi, si le  $\overline{l_{pm}}$  des électrons est bien inférieur au rayon du contact réel ou à la longueur de la striction, le transport est diffusif et il y a constriction des lignes de courant. Le transport devient balistique lorsque le  $\overline{l_{pm}}$  des électrons est très supérieur au rayon et à la longueur de la striction et quasi-balistique (intermédiaire) lorsque les dimensions sont comparables. Notons que lorsque le type de transport n'est pas précisé, le régime diffusif est implicitement considéré (cf. II.3.2).

### II.3.3.1. Transport balistique

Le transport balistique intervient dans un contact élémentaire lorsque le libre parcours moyen des électrons est très supérieur au rayon  $a_c$  et à la longueur  $l_s$  de la striction (cf. Figure II-33). La loi d'Ohm locale ne peut s'appliquer car la notion de ligne de courant n'a plus de sens. Chaque membre du contact est considéré comme un réservoir d'électrons. Le modèle de Sharvin permet de calculer la conductance d'une constriction circulaire de rayon  $a_c$  dans un diaphragme isolant séparant deux demi-espaces, caractérisés par le libre parcours moyen des électrons du métal concerné et la résistivité [SHARVIN 1965]. La résistance correspondante a pour équation :

$$R_S = \frac{4\rho K}{3\pi a_c} \quad \text{II-71}$$

avec  $K$  le nombre de Knudsen défini par :

$$K = \frac{\overline{l_{pm}}}{a_c} \quad \text{II-72}$$

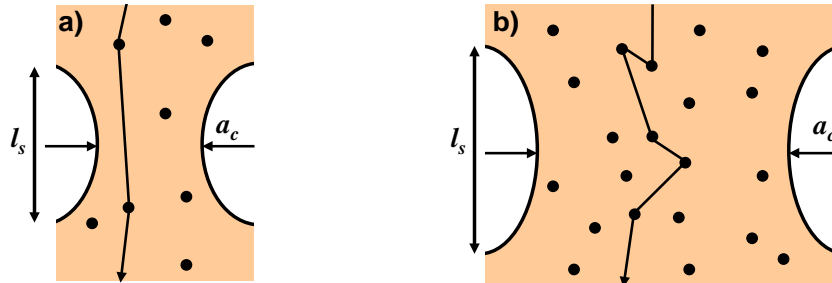


Figure II-33 - Illustrations schématiques des transports a) balistique ou quasi-balistique et b) diffusif à travers une striction de rayon  $a_c$  et de longueur  $l_s$ .

### II.3.3.2. Transport quasi-balistique

Dans le cas du transport quasi-balistique, le libre parcours moyen des électrons est de l'ordre de grandeur du rayon  $a_c$  et de la longueur  $l_s$  de la striction. Wexler a développé un modèle permettant de faire le lien entre la solution de Maxwell en régime diffusif et celle de Sharvin en régime balistique [WEXLER 1966]. La résistance électrique de contact correspondante s'exprime en fonction des solutions de Maxwell (cf. Equation II-34) et de Sharvin (cf. Equation II-71) et à l'aide de la fonction  $\gamma$ , donnée par [MIKRAJUDDIN 1999], Figure II-34 :

$$R_W = R_S + \gamma(K)R_{C(M)} \quad \text{II-73}$$

$$\gamma(K) \approx 2\pi \int e^{-Kx} \sin c(x) dx \quad \text{II-74}$$

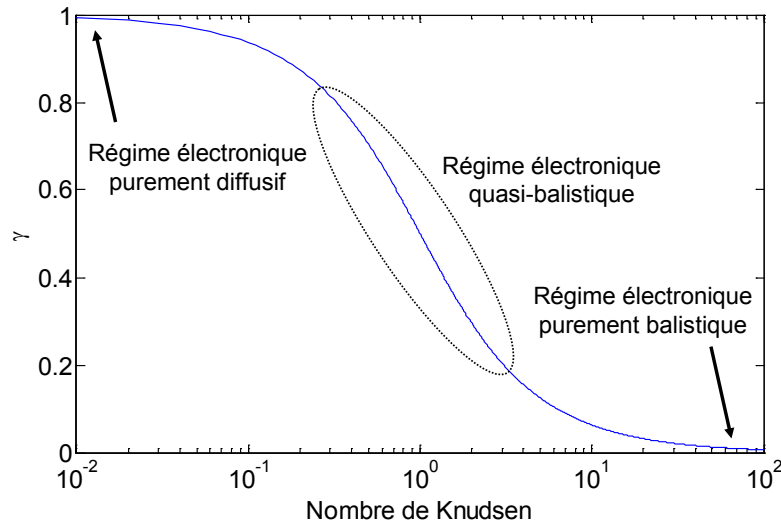


Figure II-34 - Evolution de la fonction  $\gamma$  avec le nombre de Knudsen  $K$  [MIKRAJUDDIN 1999].

La relation II-73 est approchée par Nikolić [NIKOLIC 1999] au moyen d'un développement limité, avec une précision de l'ordre de 1%. La formule II-75 obtenue est relativement simple et gagne à être utilisée à la place de la relation II-73 :

$$R_N = R_S + \gamma(K)R_{C(M)} \cong \frac{4\rho K}{3\pi a_c} + \frac{1+0,83K}{1+1,33K} \frac{\rho}{2a_c} \quad \text{II-75}$$

#### II.3.4 Résistance électrique d'un contact multi-strictions

Il est désormais acquis, que les surfaces de contact réelles à l'échelle microscopique ne sont pas lisses, ce qui a donné naissance depuis longtemps déjà, à des modèles essayant de tenir compte de la présence d'aspérités. Dans la réalité, la conduction du courant électrique à l'interface de contact s'effectue à travers plusieurs spots de contact ou strictions. La démarche la plus simple consiste à additionner les résistances de constriction (cf. Equation II-76) des différents spots de contact, pour donner la résistance électrique totale de contact de l'ensemble  $R_{EC}$  [HOLM 1999] :

$$R_{EC} = \left( \sum \frac{1}{R_{C(M)}} \right)^{-1} = \frac{\rho}{4 \sum_i a_{ci}} \quad \text{II-76}$$

Dans le cas du régime ohmique, l'expression II-76 n'est valable que si les différentes strictions sont suffisamment petites et éloignées les unes des autres pour ne pas interagir. Lorsque cette condition n'est pas respectée, des solutions plus complexes demeurent nécessaires pour calculer la résistance électrique du contact. Les modèles multi-strictions présentés dans la suite, prennent en compte l'influence de la répartition et de la taille des spots de contact sur la valeur de résistance électrique de contact.

##### II.3.4.1. Modèle de Holm

Holm définit une configuration simple du contact électrique par multi-strictions [HOLM 1999]. Il définit  $n$  spots circulaires identiques de rayons  $a_c$ , régulièrement répartis sur la surface

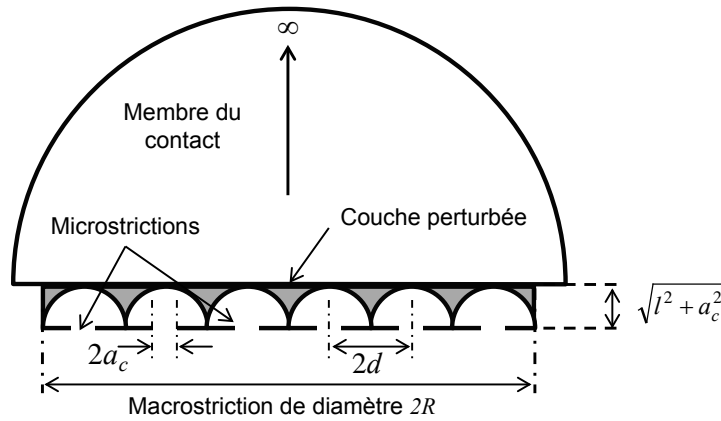
apparente de rayon  $R$ , avec une distance de  $2d$  entre les centres voisins (cf. Figure II-35). La couche perturbée est constituée de plusieurs demi-ellipsoïdes circulaires de rayons  $a_c$ , recouvrant chaque spot de contact. Les lignes de constriction du flux des différents spots se dévient mutuellement, du fait de la proximité des strictions. L'équation suivante a été développée par Holm pour évaluer la résistance de constriction dans un seul membre du contact :

$$R_{n,a_c,l} = \frac{\rho}{2\pi n a_c} \arctan \left( \frac{\sqrt{d^2 - a_c^2}}{a_c} \right) - 0,6 \frac{\sqrt{d^2 - a_c^2}}{\pi R^2} + \frac{\rho}{4R} \quad \text{II-77}$$

La résistance  $R_0$  correspondant au contact sans striction est ici négligeable. Enfin, si les microstrinctions sont suffisamment éloignées les unes des autres ( $a_c \ll d$ ), la résistance de constriction pour les deux membres du contact, peut être approchée par la formule suivante :

$$R_{c,H} = \rho \left( \frac{1}{2n a_c} + \frac{1}{2R} \right) \quad \text{II-78}$$

Le premier terme correspond à la résistance due aux  $n$  microstrinctions en parallèle et le second à la résistance électrique due à la macrostriction de rayon  $R$ , en milieu semi-infini.



**Figure II-35 – Contacts multi-strictions circulaires régulièrement réparties entre les deux milieux semi-infinis [FECHANT 2003].**

Holm réalise une étude plus poussée du phénomène en fonction du rapport  $d/a_c$ , avec en particulier la manière dont la résistance de constriction liée à une aire apparente fixée est augmentée par la rugosité [HOLM 1999]. On retiendra que la surface conductrice peut être notablement réduite par rapport à la surface mécanique de contact, sans pour autant que la résistance électrique de contact en soit beaucoup augmentée. Le problème inverse (spots isolants et aire de contact conductrice) est aussi considéré. Il correspond par exemple à la présence de particules de contamination isolantes sur la surface de contact. Si  $d/a_c > 4$ , elles auront une influence négligeable sur la résistance de constriction.

#### II.3.4.2. Modèle de Greenwood

Contrairement à la solution approchée de Holm, celle de Greenwood est basée sur la répartition réelle des spots de contact et une variabilité de leur taille Figure II-36 [GREENWOOD 2 1966]. L'expression de la résistance électrique de constriction selon Greenwood est la suivante :



$$R_{c,G1} = \frac{\rho}{2 \sum a_{c,i}} + \frac{\rho}{\pi} \frac{1}{\left( \sum a_{c,i} \right)^2} \sum_{i \neq j} \sum \frac{a_{c,i} a_{c,j}}{d_{ij}} \quad \text{II-79}$$

avec  $a_i$  le rayon d'une striction et  $d_{ij}$  la distance entre des spots de contact  $i$  et  $j$ . En supposant qu'il n'y pas de corrélation entre le rayon d'une striction et sa position, les  $a_i$  peuvent être remplacés, en première approximation, par leur moyenne  $\bar{a}$  :

$$R_{c,G2} = \frac{\rho}{2\bar{a}} + \frac{\rho}{\pi \bar{a}^2} \sum_{i \neq j} \sum \frac{a_i a_j}{d_{ij}} \quad \text{II-80}$$

Apparaît une nouvelle fois dans la relation II-80 la mise en série des résistances élémentaires avec une résistance d'interaction.

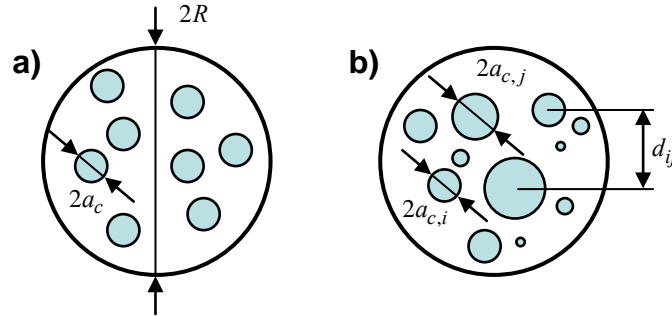


Figure II-36 – Vue de dessus d'un contact à plusieurs passages : avec une répartition des passages a) uniforme (Modèle de Holm) et b) non uniforme (Modèle de Greenwood).

En considérant les spots uniformément répartis pour correspondre au modèle de Holm, Greenwood montre que plus la distance entre strictions est élevée, plus la résistance électrique de constriction devient prépondérante devant celle d'interaction. À l'inverse, lorsque le rapport est faible, la résistance totale se réduit, ce qui est essentiellement dû à la réduction du terme des résistances parallèles, la résistance d'interaction (largement majoritaire) ne diminuant que légèrement.

### II.3.5 Influence de l'épaisseur du film mince conducteur

Il est possible de définir dans le cas d'un film mince conducteur, une résistance de couche, encore appelée résistance carrée, notée  $R_{carrée}$ . Cette grandeur correspond à la résistance électrique dans le plan d'un élément carré de film mince, dont la valeur est indépendante de la longueur du côté. Il s'agit donc d'une caractéristique intrinsèque du film mince.

$$R_{carré} = \frac{\rho}{t} \quad \text{II-81}$$

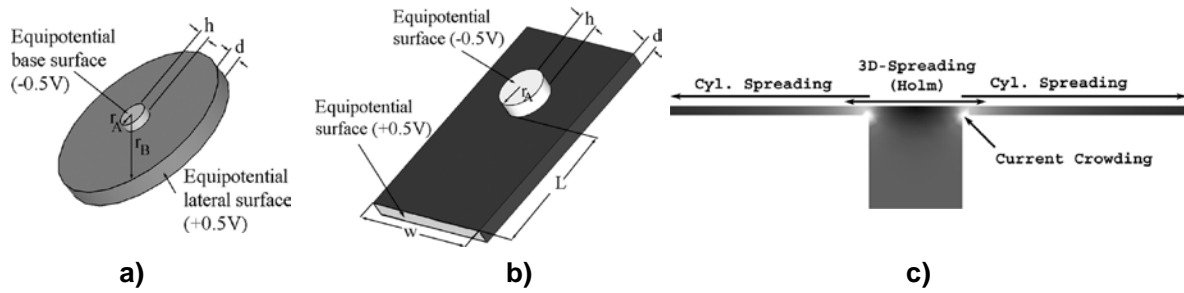
Cette résistance électrique peut être reliée à la propagation des lignes de courant dans le plan du film mince, si l'épaisseur du film est négligeable par rapport aux autres dimensions. Par exemple, dans le cas de mesure de résistance électrique de film en configuration quatre points, il est possible de construire un modèle bidimensionnel de la conduction qui donne ([\[SMITS 1958\]](#) et [\[TOPSOE 1968\]](#)) :

$$R_{spreading} = R_{carré} / K \quad \text{II-82}$$

avec  $R_{spreading}$ , la résistance due à l'étalement des lignes de courant dans le film mince (phénomène de « spreading ») et  $K$  un coefficient sans dimension caractéristique de la géométrie bidimensionnelle (forme des contours et position relative des points de contact lors de la mesure).

Dans le cas, de contacts réalisés entre films minces conducteurs, il est fréquent d'avoir des rayons de spots de contact  $a_c$  du même ordre de grandeur que l'épaisseur de la couche mince  $t$  (cf. [Annexe - C](#)). Ainsi, les hypothèses pour le calcul de la résistance de constriction, formulées en II.3.2 à partir de deux demi-espaces infinis en contact, ne sont plus vérifiées.

De nombreux auteurs se sont intéressés à ce problème de constriction entre deux films minces et ont cherché à quantifier l'influence du rapport  $a_c/t$  sur la valeur de la résistance totale de constriction [\[DENHOFF 2006\]](#), [\[NORBERG 2006\]](#), [\[TIMSIT 2008\]](#), [\[READ 2009\]](#) et [\[TIMSIT 2010\]](#). On peut citer par exemple les travaux de Norberg, qui a réalisé des simulations à l'aide de la méthode des éléments finis (MEF), dans le cas d'un film mince en contact avec un cylindre unique (striction) [\[NORBERG 2006\]](#). D'après ces résultats, l'épaisseur du film doit être égale à au moins dix fois le rayon de contact pour réduire l'erreur obtenue par application de la théorie conventionnelle de Holm à moins de 10% (cf. Figure II-37). Dans le cas contraire, deux résistances électriques sont prépondérantes : la résistance de « spreading » et la résistance de « crowding ».



**Figure II-37 –a) et b) Exemples de contacts simulés par MEF entre un film mince et une striction et c) résultats de simulation avec localisation des différentes contributions des résistances de constriction [\[NORBERG 2006\]](#).**

Comme dit précédemment, la résistance de « spreading » est reliée à la propagation des lignes de courant dans le plan du film mince. La résistance de « crowding » est définie comme le resserrement et la courbure des lignes de courant perpendiculairement au plan du film mince, près d'un contact circulaire. Les effets de cette résistance ont été mis en évidence expérimentalement par [\[FINETTI 1984\]](#) et modélisé analytiquement par [\[ALLEN 1991\]](#). Allen a considéré un système simple de plaques parallèles conductrices d'épaisseur respectives  $t_0$  et  $t_2$ , connectées entre elles par un cylindre de rayon  $a$  de longueur  $t_1$  (cf. Figure II-38). L'équivalence avec le contact électrique est obtenue en assimilant les plaques conductrices aux films minces métalliques et le cylindre à la zone de contact. Allen définit la résistance de constriction avec prise en compte du « crowding », selon la relation suivante :

$$R_C = \frac{R_{spreading,1} + R_{spreading,2}}{2a} \frac{I_0\left(\frac{a}{L}\right)}{I_0\left(\frac{a}{L}\right)} \quad \text{II-83}$$

avec  $R_{spreading}$  la résistance de couche d'un film mince définie précédemment (cf. Equation II-82),  $I_0$  la fonction de Bessel modifiée du premier ordre et  $L$  le paramètre défini à l'aide des résistances d'interfaces  $P_{c01}$  et  $P_{c02}$ , des résistances de films  $R_{film0}$  et  $R_{film2}$  et de la résistances du cylindre  $\rho_1$  d'épaisseur par  $t_1$  :

$$L = \sqrt{\frac{P_{c01} + P_{c12} + \rho_1 t_1}{R_{film0} + R_{film2}}} \quad \text{II-84}$$

Si le rapport  $a/L \gg 1$ , le degré de resserrement des lignes de courant est significatif et la majorité du courant entre et sort du cylindre près des bords. Ainsi, si  $R_c$  est la valeur mesurée expérimentalement, la véritable résistance de contact est contenue dans le paramètre  $L$ .

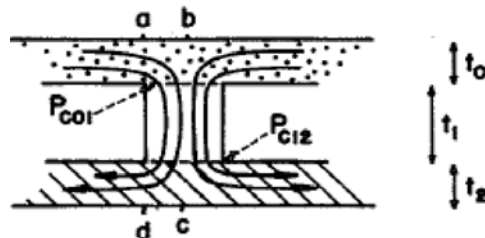


Figure II-38 – Vue en coupe de la structure de contact plaque/cylindre/plaque [ALLEN 1991].

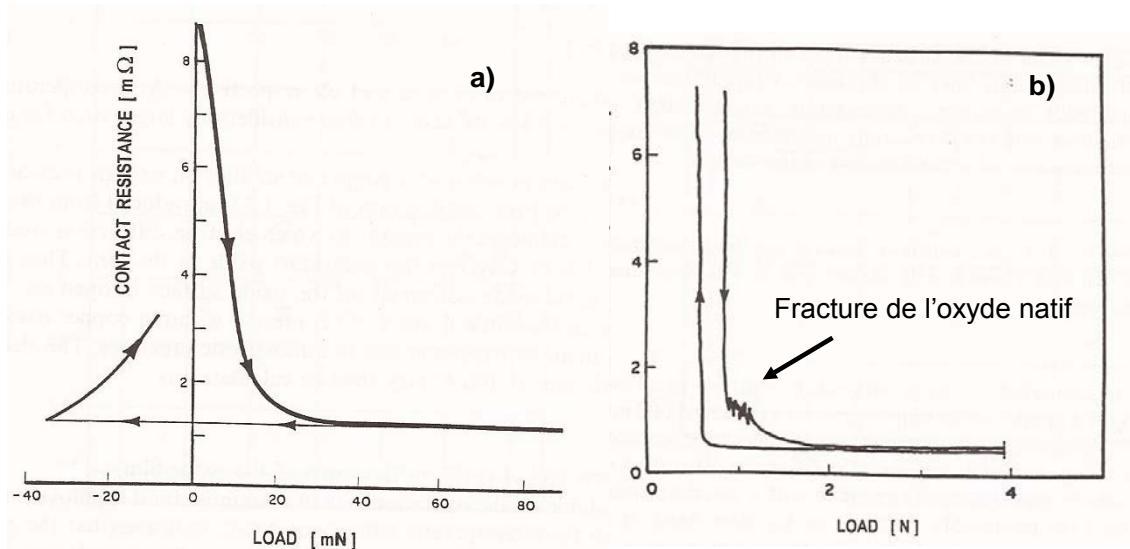
Enfin, notons que dans le cas de contacts réalisés entre différents matériaux, aussi bien pour des matériaux massifs, que pour des films minces, des modèles ont récemment été développés afin de prendre en compte cette dissymétrie du contact [ZHANG 1 2011] et [ZHANG 2 2011].

### II.3.6 Influence d'un film isolant à l'interface de contact

Un film isolant présent à l'interface de contact donne naissance à une résistance additionnelle, notée  $R_{film}$ , qui peut être supérieure de plusieurs ordres de grandeur à la résistance de constriction, et qui par conséquent, peut contrôler la résistance totale mesurée (cf. Equation II-64) [SLADE 1999]. En supposant un film isolant, d'épaisseur  $t$ , et de résistivité  $\rho_f$ , sa valeur pour un spot de contact de rayon  $a_c$ , est donnée par :

$$R_{film} = \frac{\rho_f \cdot t}{\pi a_c^2} \quad \text{II-85}$$

Cette expression sert aussi parfois à calculer la résistance électrique d'un contact dont les membres présentent un empilement de matériaux différents où le matériau de contact est le plus résistif, endossant alors le rôle du film isolant [SLADE 1999].



**Figure II-39 – Résistance électrique totale de contact dans un contact Aluminium-Aluminium en fonction de la force appliquée à température ambiante, avec : a) absence d'oxyde natif et b) présence d'oxyde natif sur les surfaces de contact [SLADE 1999].**

Par ailleurs, dans le cas d'un oxyde natif stable en surface d'un métal (*e.g.* Aluminium, Cuivre, Nickel...), la résistance de contact évolue en fonction de la force et de l'état de surface (rugosité). De nombreuses études ont été réalisées en particulier dans le cas de contacts Al-Al [BOND 1977], [TIMSIT 1980], [CRINON 1998], [ARONSTEIN 2004] et [MERCIER 2012 1]. Nous pouvons également citer les travaux de [LE 2004] et [LE 2005], avec la mesure de la résistance électrique de contact, lors de la compression d'un rouleau en acier sur des plaques d'Aluminium AA1200, avec la mise en évidence du phénomène d'extrusion de l'Aluminium au travers de fissures dans l'oxyde de surface. On distingue le contact à faible force, où le contact est du type capacitif (métal-isolant-métal) et le contact à forte force, avec un contact métallique obtenu par fissuration de l'oxyde, du fait de sa fragilité mécanique [SLADE 1999]. La fracture du film isolant est souvent liée à la rugosité des surfaces, plus que la force appliquée sur le contact.

### II.3.6.1. Contact à faible force

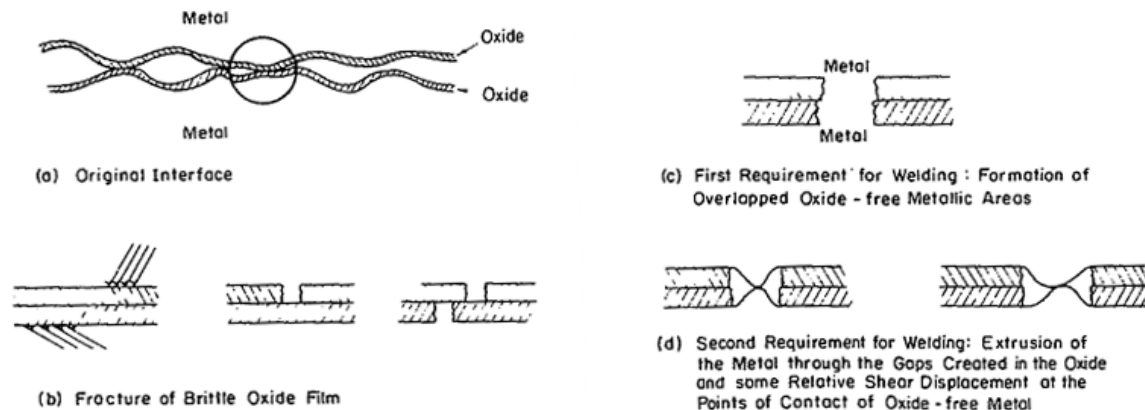
Si un film isolant de faible épaisseur (quelques nanomètres au maximum) est continu à l'interface de contact (non dégradé, pas de fissure, faibles forces de contact...) et qu'il présente une résistivité électrique élevée, en comparaison avec le métal sous-jacent, la résistance de film est alors pilotée par effet tunnel [SIMMONS 1963] :

$$R_{film} = \frac{t}{\pi a_c^2} \left( \frac{h}{e} \right)^2 \left[ \frac{2}{3\sqrt{2m_e\Phi}} \right] \exp \left[ \frac{4\pi}{h} \sqrt{2m_e\Phi} \right] \quad \text{II-86}$$

avec  $h$ ,  $m_e$  et  $e$  respectivement la constante de Planck, la masse de l'électron et la charge électronique élémentaire, et  $\Phi$  l'énergie de la barrière tunnel métal-oxyde-métal. Les résistances électriques par effet tunnel sont de l'ordre de grandeur du mégaohm jusqu'à la centaine de mégaohms. Cependant, dès que ce film isolant est rompu, un contact métallique peut se former au travers des fissures formées par extrusion du métal, et la relation II-86 n'est plus applicable. Une chute brutale de la résistance électrique de contact est alors observée.

### II.3.6.2. Contact à forte force

Dans le cas d'un contact Al-Al, Timsit a mesuré une force critique minimale de 1N pour créer des fissures dans l'oxyde natif et permettre au métal de s'extruder au travers (cf. Figure II-39) [SLADE 1999]. Cependant cette force peut dépendre de plusieurs paramètres, tels que la géométrie du contact (forme du contact, rugosité de surface...), l'épaisseur du film isolant, les propriétés mécaniques des matériaux, la température, etc. ... Ces mécanismes de fissuration et d'extrusion ont été étudiés dans les travaux de [TRIPP 1967] et [MOHAMED 1975]. Selon Mohamed, il est primordial pour créer un contact métallique au travers d'un film fragile, d'avoir dans un premier temps, rupture de ce film, puis que deux fissures se retrouvent l'une en face de l'autre et enfin que le métal s'extrude des deux côtés du contact au travers des fissures créées (cf. Figure II-40).



**Figure II-40 – Scénario de formation d'un contact métallique au travers d'un oxyde, avec les étapes de : a) mise en contact, b) de fissuration de l'oxyde, c) de fissuration en vis-à-vis et d) d'extrusion du métal au travers de fissures en vis-à-vis [MOHAMED 1975].**

Si tous ces critères sont remplis, un contact métallique se forme, et l'on retrouve le cas d'un contact avec striction du § II.3.2 (cf. Figure II-41). Les équations obtenues pour la résistance électrique de constriction sont donc applicables dans ce type de contact, en fonction évidemment des dimensions de la fissure, lesquelles imposent le mode de conduction. Enfin, la géométrie du contact joue un rôle important sur la fracture d'un film fragile dans ce type de contact. Il a été vu que des singularités géométriques imposent des contraintes très élevées (théoriquement infinies) dans les matériaux de contact (cf. § II.2.1.2), ce qui tend à favoriser la création des fissures. A une échelle locale, plus les surfaces de contact sont rugueuses, plus le contact métallique se forme facilement par rupture du film d'oxyde par les aspérités [SLADE 1999]. Dans notre cas, les influences respectives de la géométrie macroscopique et de la rugosité de surface d'un microinsert ou d'un indenteur, seront étudiées dans les chapitre IV et V.

Enfin, il peut se produire un claquage électrique du film isolant avant les mécanismes de fissuration, si une tension électrique trop élevée est appliquée aux bornes du contact. Le principe du claquage électrique est expliqué dans le paragraphe suivant.

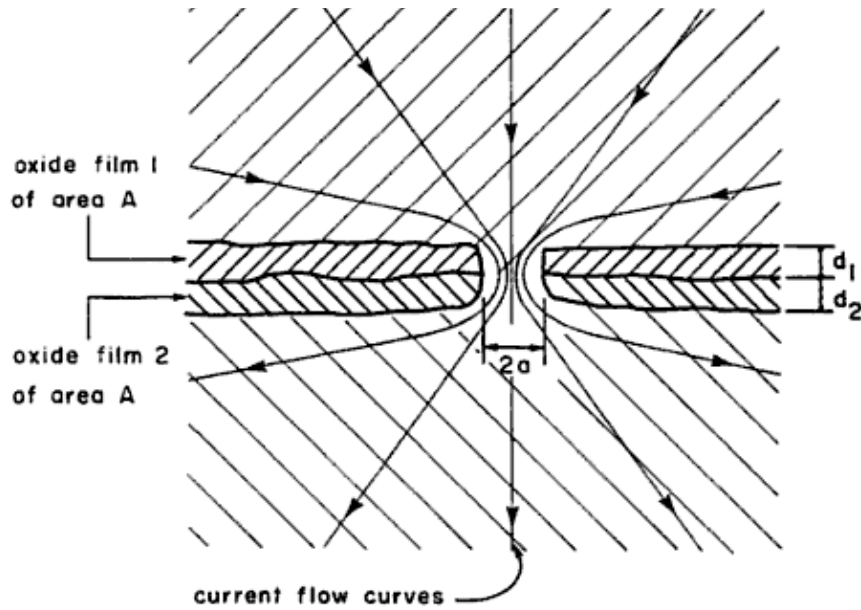


Figure II-41 – Schématisation de la formation d'un spot de contact métallique au travers d'une fissure dans un oxyde isolant [SLADE 1999].

### II.3.6.3. Claquage électrique des films isolants

Le claquage électrique ou rupture diélectrique (« electrical breakdown » en anglais) est un phénomène commun aux diélectriques, lesquels perdent leur propriété isolante, par l'apparition brutale d'un courant lors de l'application d'une tension donnée pendant un temps donné. Les défauts présents dans les films isolants sont souvent à l'origine du claquage [SIRE 2009]. Ce phénomène se déclenche en général à partir d'un certain seuil de champ électrique ou après un délai plus ou moins long. La compréhension actuelle des mécanismes de défaillance repose sur la création de défauts qui finissent par former un chemin conducteur dans l'oxyde. Le claquage concerne tous les isolants et constitue encore un domaine ouvert et complexe. Or, dans ce travail de thèse, le claquage de l'oxyde natif est proscrit, afin de caractériser uniquement les mécanismes de fracture de l'Alumine native. Ainsi, des valeurs de tension sont choisies dans les protocoles expérimentaux, détaillés chapitre III, de façon à obtenir un champ électrique faible par rapport au champ de claquage  $E_c$  de l'oxyde d'Aluminium, estimé en GV/m selon [GLOOS 2003] à :

$$E_c = \frac{1,6}{t^2} \quad \text{II-87}$$

avec  $t$  en nanomètre l'épaisseur de l'oxyde natif d'Aluminium et 1,6 un coefficient déterminé expérimentalement par [GLOOS 2003]. Pour un film d'oxyde natif de 4nm, un champ de claquage de 0,1GV/m est calculé à l'aide de la relation II-87 (et 0,025GV/m pour une épaisseur totale de 8nm dans un contact Al-Al). Un autre phénomène d'échauffement du métal au niveau de la striction peut se produire, si une tension électrique trop élevée est appliquée aux bornes du contact.

## II.4. Echauffement des contacts

Un contact électrique s'échauffe par effet Joule lorsqu'il est parcouru par un courant. Or, le rayon d'un spot de contact réel est de l'ordre de quelques nanomètres à quelques micromètres. Par conséquent, même un courant de faible intensité (par exemple 1μA) au travers d'une striction d'une surface de 1μm<sup>2</sup>, équivaut à une densité de courant de 1000 A/mm<sup>2</sup>. Une telle densité de courant

peut éventuellement conduire à un échauffement, voire une fusion du contact par effet Joule. Un échauffement du contact peut provoquer par exemple l'effondrement local des aspérités (mécanismes de fluage, accroissement de l'aire de contact...), une accélération des phénomènes d'oxydation et de diffusion (formation de composés intermétalliques), ou encore une variation rapide de la conductivité des matériaux... La température au niveau de la striction joue donc un rôle majeur sur la valeur de la résistance électrique de contact. Il est donc primordial de la déterminer et une manière simple d'y accéder est de faire appel à l'équation de Kohlrausch qui la relie à la tension de contact.

#### II.4.1 Relation de Kohlrausch

Dans un premier temps, il faut considérer le « tube de courant » vu au § II.3.2, comme étant un tube de flux thermique. Dans les hypothèses du calcul de Kohlrausch, l'énergie thermique est supposée s'écouler entièrement dans le métal, sans perte latérale, depuis la striction à température maximale, jusqu'aux surfaces d'extrémité  $S_0$  et  $S'_0$  que l'on suppose maintenues aux températures constantes  $T_0$  et  $T'_0$ . Cette hypothèse se justifie du fait que les surfaces de contact en regard sont très rapprochées et à des températures locales très voisines, au point que les pertes thermiques aussi bien d'un contact à l'autre que vers l'environnement sont négligeables. Dans ces conditions, une hypothèse importante a été faite par Kohlrausch [\[KOHLRAUSCH 1900\]](#) et Diesselhorst [\[DIESELHORST 1900\]](#), puis reprise plus récemment par Greenwood et Williamson [\[GREENWOOD 1958\]](#). Elle suppose que « les conducteurs ont en tout point des conductivités qui ne dépendent que de la température locale et que les surfaces d'extrémité sont équipotentiellles et isothermes ». En d'autres termes, la résistivité électrique  $\rho$  comme la conductivité thermique  $\lambda$  restent constantes sur toutes les surfaces équipotentiellles, lesquelles sont également des surfaces isothermes. Il existe alors pour chaque équipotentielle-isotherme, une relation simple entre le potentiel  $V$  et la température  $T$ , qui s'applique quelle que soit la géométrie des conducteurs traversés par un courant  $I$  [\[FECHANT 2003\]](#). Il s'agit de l'équation de Kohlrausch sous sa forme élémentaire :

$$VdV = -\rho(T)\lambda(T)dT \quad \text{II-88}$$

L'énergie thermique générée dans deux conducteurs en contact ne peut s'évacuer que par les surfaces  $S_0$  et  $S'_0$ , d'où l'existence d'une équipotentielle – isotherme, qui est à une température maximale  $T_m$  et à travers laquelle aucun flux thermique ne circule. Conventionnellement, le potentiel nul ( $V_m = 0$ ) lui est affecté. Dans ces conditions l'intégration de l'équation II-88 entre  $T_M$  et  $T_0$ , et  $T_M$  et  $T'_0$  donne la relation de Kohlrausch [\[SLADE 1999\]](#) :

$$V = \left( 2 \int_{T_0}^{T_M} \rho_0(T)\lambda_0(T)dT \right)^{1/2} + \left( 2 \int_{T'_0}^{T_M} \rho'_0(T)\lambda'_0(T)dT \right)^{1/2} \quad \text{II-89}$$

De plus, si les deux matériaux en contact sont identiques (même résistivité et conductivité) et que la température  $T_0$  est égale à  $T'_0$ , on obtient d'après la relation II-89 :

$$V = 2 \left( 2 \int_{T_0}^{T_M} \rho(T)\lambda(T)dT \right)^{1/2} \quad \text{II-90}$$



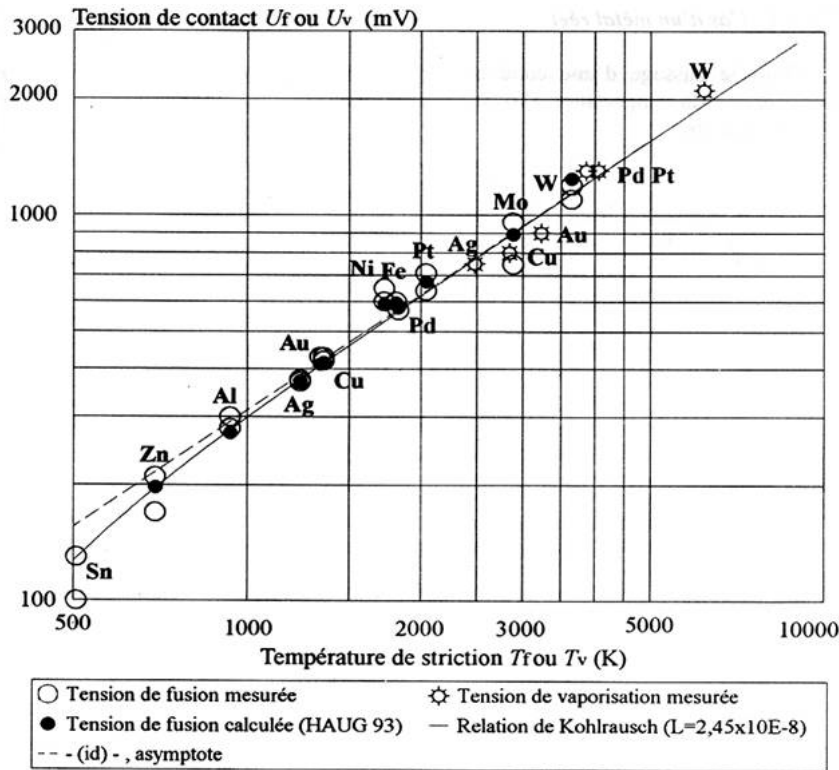


Figure II-42 – Tensions de fusion et de vaporisation de divers métaux [FECHANT 2003].

#### II.4.2 Simplification de la loi de Kohlrausch par la relation de Wiedemann-Franz

La loi de Wiedemann-Franz, à laquelle obéissent la plupart des métaux, stipule que le rapport des conductivités thermique  $\lambda$  et électrique  $\sigma$  est indépendant de la nature du métal et évolue proportionnellement à la température :

$$\rho(T)\lambda(T) = \frac{\lambda(T)}{\sigma(T)} = LT \quad \text{II-91}$$

avec  $L$ , le « nombre ou constante de Lorenz », qui vaut  $2,45 \cdot 10^{-8} \text{V}^2 \cdot \text{K}^{-2}$ . En réalité,  $L$  varie avec la température, mais les métaux bons conducteurs suivent la loi d'assez près. La relation II-90 devient alors :

$$V = 2 \left( 2 \int_{T_0}^{T_m} LT dT \right)^{1/2} \quad \text{II-92}$$

On obtient alors en intégrant la relation II-92, la tension aux bornes d'un contact complet dont les extrémités sont à  $T_0$  :

$$V = 2\sqrt{L(T_m^2 - T_0^2)} \quad \text{II-93}$$

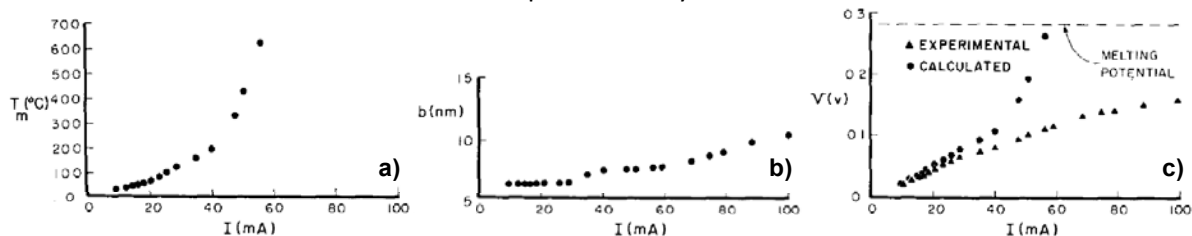
Cette formule peut être utilisée en pratique pour calculer la « tension de fusion » ( $V_f$ ) ou la « tension de vaporisation » ( $V_v$ ) du métal considéré, en remplaçant  $T_m$  respectivement par la température de fusion  $T_f$  et par la température d'évaporation  $T_v$ . Des valeurs expérimentales et calculées de tensions de contact en fonction de la température de striction sont données pour de nombreux métaux Figure II-42 [FECHANT 2003]. Les valeurs de la « tension de fusion » pour



l’Aluminium et le Nickel sont respectivement d’environ 270-300mV et 600-650mV. Ainsi, de telles valeurs de tension de contact ne doivent donc pas être atteintes, pour ne pas dégrader les matériaux au niveau de la striction.

### II.4.2.1. Influence du mode de conduction

La relation de Kohlrausch n’est plus valable lorsque le rayon des spots de contact est de l’ordre du libre parcours moyen des électrons [TIMSIT 1983]. Timsit a en effet montré une déviation entre la caractéristique tension-courant mesurée et celle calculée à partir de la relation de Kohlrausch (cf. Figure II-43-c), dans le cas d’un contact Aluminium-Aluminium, connaissant les relations  $\rho(T)$  et  $\lambda(T)$ . Selon lui, les valeurs de température ou de tension calculées sont surestimées, étant donné que l’on ne prend pas en compte la contribution de la résistance de Sharvin, dans la théorie de Kohlrausch. En effet, dans le cas d’un régime quasi-balistique, la résistance de Sharvin contribue à la résistance électrique totale (cf. § II.3.3.2). Elle trouve son origine dans de la diffusion aux frontières, et non plus dans une interaction des électrons de conduction avec le réseau. Ainsi, la résistance de Sharvin ne conduit pas à la génération de chaleur dans le milieu conducteur (*i.e.* à l’intérieur de la striction). C’est pourquoi, moins de chaleur est générée dans le cas de striction de diamètres de l’ordre du libre parcours moyen des électrons.



**Figure II-43 – Validité de la relation de Kohlrausch en fonction du mode de conduction, dans le cas d’un contact Al-Al [TIMSIT 1983]: a) Température à l’état d’équilibre, b) Rayon électrique moyen calculé à partir de la relation II-66, c) Déviation entre les caractéristiques  $V(I)$  mesurée et calculée à partir de la relation de Kohlrausch.**

Suite à ces travaux, un modèle plus récent a été développé par Jensen, à partir de l’équation de Nikolic (cf. Equation II-75), dans le cas de contacts électriques dans les microsystèmes [JENSEN 2005].

### II.4.3 Formation de composés intermétalliques

Dans le cas de contact entre métaux de différentes natures, des composés intermétalliques apparaissent à l’interface de contact. La formation de ces composés est liée directement aux mécanismes de diffusion entre les deux métaux. Or, les coefficients de diffusion dépendent de la température et obéissent à une loi d’Arrhenius. Ainsi, une augmentation de température au niveau du contact liée au passage du courant peut accélérer les phénomènes de diffusion et donc la formation de ces composés intermétalliques.

Dans les travaux de Liu, par exemple, l’influence du passage de courant électrique au travers d’interfaces Al/Ni a été mise en évidence, avec l’observation d’un accroissement de l’épaisseur des couches intermétalliques (cf. Figure II-44) [LIU 1998]. La formation de ces composés intermétalliques a été accélérée en réalisant les essais à 400°C et durant 336h. Ces composés peuvent rendre le contact plus résistif étant donné leurs résistivités électriques plus importantes, en comparaison avec les métaux purs (Tableau II-1).

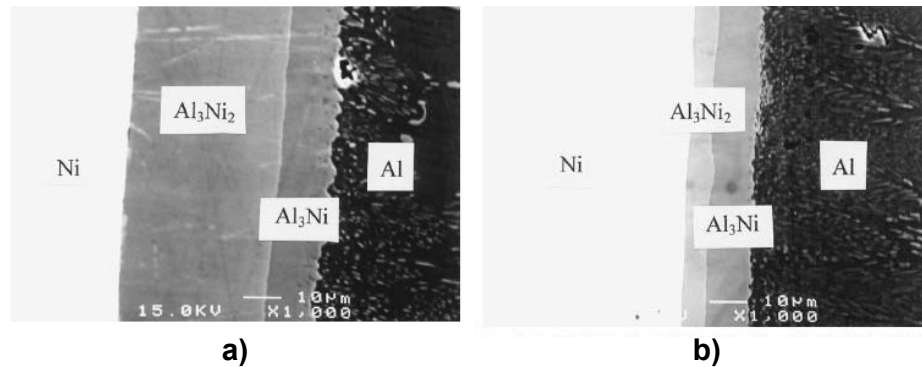


Figure II-44 – Observations MEB d’interfaces Al/Ni recuites à 400°C durant 336h : a) avec passage d’un courant électrique (1kA/cm²) et b) sans passage de courant électrique [LIU 1998].

Métal ou Composé intermétallique	Résistivité électrique ( $\mu\Omega\cdot\text{cm}$ )	Source bibliographique
Ni	5,84 (à 25°C)	[FECHANT 2003]
Al	2,65 (à 25°C) 7,00 (à 400°C)	[FECHANT 2003] [LIU 1998]
Al/Ni interface	700 (à 400°C)	[LIU 1998]
AlNi	8-10 (à 25°C)	[DEY 2003]
AlNi <sub>3</sub>	33 (à 25°C)	[DEY 2003]
<b>Tableau II-1 – Résistivités électriques de l’Aluminium et du Nickel et de leurs composés intermétalliques.</b>		

### Conclusion

Ce deuxième chapitre a permis de présenter les bases du comportement mécanique des matériaux ainsi que les notions fondamentales à la compréhension du contact mécanique et électrique. Un bilan des modèles utilisés pour l’analyse du contact électrique est dressé [Annexe - D](#), pour plus de clarté. Lors de la caractérisation des matériaux de contact (Al(Cu), Ni et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dans le chapitre IV, les différents types de comportements mécaniques seront rencontrés. De plus, l’ensemble des points abordés autour du contact aidera à la compréhension de la formation du contact mécanique et électrique dans le chapitre V. Ce manuscrit se poursuit donc avec un troisième chapitre sur la présentation des dispositifs expérimentaux et outils de modélisation utilisés au cours de ce travail de thèse.



### ***Chapitre III - Présentation des outils de caractérisation***

### Introduction

Ce chapitre est dédié à la présentation des outils de caractérisation utilisés durant ce travail de thèse. Dans un premier temps, la technique de nanoindentation a été retenue afin de caractériser finement les différents matériaux d'un point de vue mécanique. Ainsi, le principe de l'indentation instrumentée et les modèles utilisés pour l'analyse des résultats sont détaillés dans une première partie. Dans un second temps, un nanoindenteur modifié à l'aide d'un montage développé durant les travaux de thèse M. Diop [\[DIOP 2009\]](#), a été utilisé afin d'établir les mécanismes de formation du contact (mécanique et électrique). Ce montage permet de remplacer un indenteur traditionnel par une puce avec un microinsert, afin de réaliser des essais de compressions unitaires couplés à des mesures électriques, dans un échantillon d'Aluminium en vis-à-vis. Le principe du dispositif, ainsi que le protocole de mesure sont présentés avec les principaux résultats déjà obtenus par [\[DIOP 2009\]](#). Enfin, un montage de compression de barreaux croisés couplé avec une mesure électrique, a été développé dans le cadre de cette recherche. L'objectif est de comprendre la formation du contact électrique en s'affranchissant de l'influence des singularités géométriques présentes dans le cas de la compression du microinsert. Le dispositif et le principe de mesure sont donc présentés dans une troisième et dernière partie.

### III.1. L'essai d'indentation instrumentée

Cette partie est dédiée à la présentation du principe de l'essai d'indentation instrumentée (encore appelée essai de nanoindentation) et aux méthodes d'extraction des propriétés élastoplastiques des matériaux, à partir des courbes forces-déplacements obtenues. L'analyse de l'essai d'indentation instrumentée, dans le cas où l'épaisseur du film mince à caractériser est relativement importante, peut être réalisée à partir de la théorie du contact mécanique avec singularité, présentée dans le chapitre II. Cependant, dans le cas où l'épaisseur du film mince est trop faible, les propriétés du substrat et des couches sous-jacentes influencent grandement le résultat. Pour cela, une méthodologie basée sur un modèle multicouche élastique couplé à des mesures de déformées de surface, a été développée dans le cadre de cette thèse.

#### III.1.1 Présentation de l'essai d'indentation instrumentée

Depuis plusieurs années maintenant, la nanoindentation suscite un intérêt considérable dans le domaine de la caractérisation mécanique des films minces et des micro-objets [\[FISCHER-CRIPPS 2004\]](#). Cette technique de caractérisation est dite instrumentée dès lors que la force  $F_c$  appliquée au contact et la profondeur de pénétration  $h$  qu'elle engendre sont mesurées continûment. L'essai d'indentation instrumentée consiste à faire pénétrer une pointe, encore appelé indenteur ou pénétrateur, de géométrie et propriétés mécaniques connues, dans un matériau (si possible plan) pour en déduire ses propriétés mécaniques. Il est possible avec cette technique, d'appliquer des forces de l'ordre du micronewton à quelques centaines de millinewtons pour des profondeurs allant de quelques nanomètres à quelques micromètres.

##### III.1.1.1. Description du nanoindenteur utilisé

Les essais de nanoindentation sont ici réalisés avec un nanoindenteur, de la marque « Nano Indenter® », développé par MTS Systems Corporation. Une photographie avec les différents modules et le schéma de principe sont donnés respectivement Figure III-1 et Figure III-2. Ce nanoindenteur possède deux têtes d'indentation : la tête XP et la tête DCM pour « Dynamic Contact Module ». Ces deux têtes fonctionnent de la même manière, mais la tête DCM offre une sensibilité au bruit moins élevée et donc une meilleure résolution en déplacement et en force, que la tête XP [\[FISCHER-](#)

[CRIPPS 2 2004](#)]. Les résolutions théoriques fournies par le fabricant pour les deux têtes d'indentation sont données Tableau III-1 :

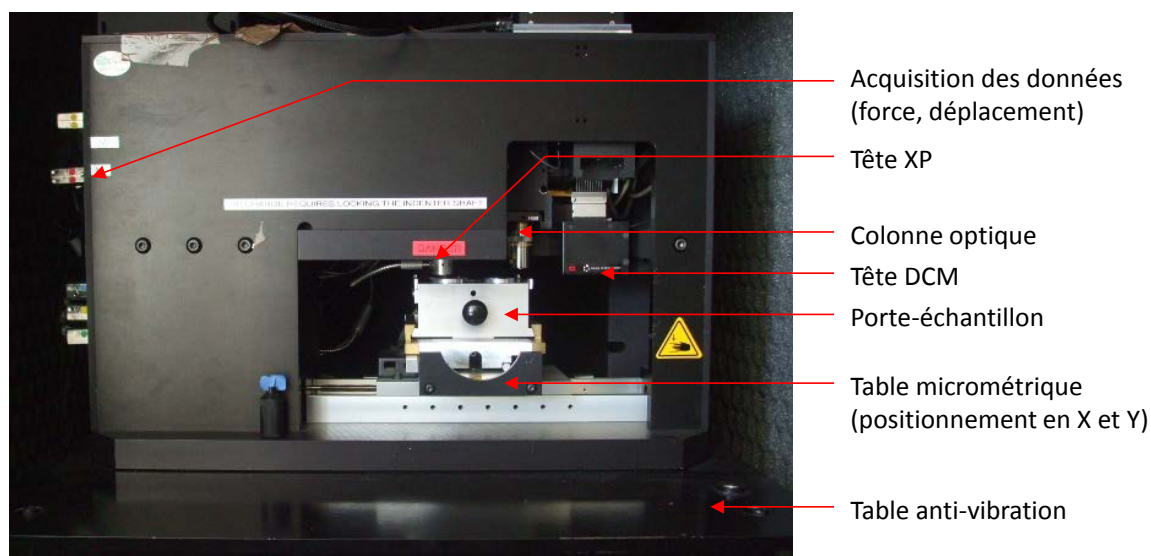
	Tête XP	Tête DCM
Résolution en force	50nN	1nN
Résolution en déplacement	0,04nm	0,0002nm
Résolution en déplacement limité par le bruit mécanique	0,5 à 1nm	0,5 à 1nm

**Tableau III-1 – Résolutions des différentes têtes du « Nano Indenter® », MTS Systems Corporation.**

L'application de la force  $F_c$  est réalisée à l'aide d'une bobine (1) insérée dans un aimant (2). Le passage d'un courant à l'intérieur de celle-ci induit une force électromagnétique, qui est transmise à l'axe de la colonne (3), générant son déplacement vertical  $h$ . La mesure de celui-ci est réalisée à l'aide d'un capteur capacitif (4) composé de trois plaques parallèles soumises à un champ électrique. Il est important de noter que la colonne est directement contrôlée en force et le contrôle en déplacement se fait indirectement à l'aide d'une boucle d'asservissement. Par ailleurs, la mesure de la force et du déplacement vertical à la décharge, permet de calculer la raideur du contact  $S$ , caractéristique des propriétés élastiques des matériaux mis en jeu dans le contact.

$$S = dF_c / dh \quad \text{III-1}$$

L'indenteur (5) est placé à l'extrémité inférieure de la colonne. Des lames ressorts (6) de faible raideur selon la direction verticale ( $\sim 100\text{N/m}$ ), sont disposées autour de la colonne, afin d'assurer son maintien et un déplacement parfaitement vertical. Notons que la raideur de ces lames est calibrée systématiquement avant chaque campagne de mesures et dès que l'on change d'indenteur (masse différente).



**Figure III-1 – Photographie du « Nano Indenter® », MTS Systems Corporation.**

L'échantillon à caractériser est disposé sur une platine motorisée (7), qui peut se déplacer entre un point B, où sont choisis les sites d'essais sous un microscope (8) et un point A, où sont réalisés les essais de nanoindentation sous la colonne. La précision de positionnement des sites d'essai est de l'ordre de  $1,5\mu\text{m}$ . L'ensemble est monté sur un bâti (8) ayant une rigidité très élevée ( $\sim 10^7\text{N/m}$ ). Le bâti est placé sur une table anti-vibration (9), elle-même mise à l'intérieur d'un caisson

permettant une isolation phonique et thermique (10). Enfin, le nanoindenteur se pilote via un ordinateur, à l'aide de protocoles de mesure contenus dans un logiciel.

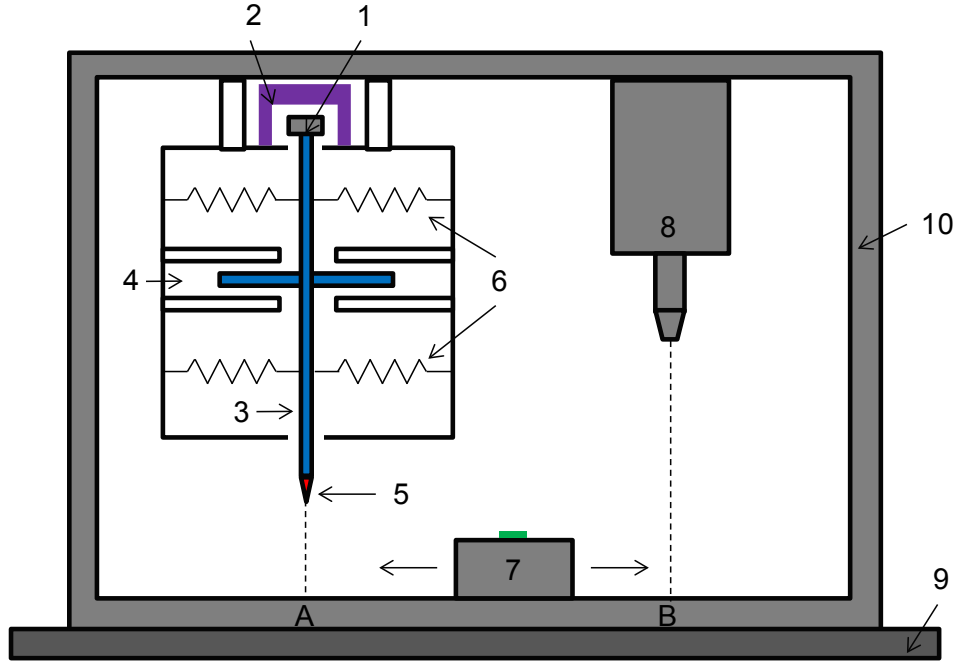


Figure III-2 – Schéma de principe du « Nano Indenter® », MTS Systems Corporation.

Par ailleurs, cet équipement dispose d'une option de mesure en continu de la raideur de contact (Continuous Stiffness Measurement en anglais ou CSM). Ainsi, lors de la phase de charge, une charge harmonique est ajoutée à la charge nominale initiale (cf. Figure III-3). L'amplitude de la réponse et l'angle de déphasage, entre la force d'excitation et le déplacement, sont alors mesurés en continu, le but étant d'obtenir l'évolution de la raideur de contact entre la pointe d'indentation et l'échantillon au cours de l'essai. Cependant, l'utilisation d'oscillations dans cette méthode CSM présente l'inconvénient d'influencer les mesures élastiques et plastiques. Ainsi, des corrections sur la force et sur le déplacement vertical mesurés, ainsi que sur la raideur de contact, sont nécessaires, afin d'exploiter correctement les résultats obtenus avec un indenteur Berkovich [PHARR 2009].

$$F_{act} = F_c + \frac{\Delta F_c}{2}$$

$$h_{act} = h + \sqrt{2\Delta h_{rms}}$$

$$S_{act} = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \left( \frac{1}{K} \right)^{1/m} \left[ 1 - \left( 1 - \frac{2\sqrt{2}\Delta h_{rms}}{F_{c,max}} S \right)^{1/m} \right] \frac{F_{c,max}}{\Delta h_{rms}} \text{ avec } K = \left( \frac{2}{m\sqrt{\pi}} \right)^m$$

III-2

où  $K = 0,757$  et  $m = 1,358$  sont des constantes données par [PHARR 2009],  $F_{c,max}$  est la force maximale appliquée sur le matériau et  $\Delta F_c$  et  $\Delta h_{rms}$  sont respectivement l'écart-type de la force appliquée durant une oscillation et l'amplitude moyenne d'une oscillation. Ainsi, les valeurs corrigées de la force, du déplacement et de la raideur, respectivement  $F_{act}$ ,  $h_{act}$  et  $S_{act}$ , sont calculées systématiquement à l'aide des relations précédentes, lors de l'exploitation des mesures expérimentales de nanoindentation avec le mode CSM obtenues avec un indenteur Berkovich, pour chaque matériau. Notons que [VACHHANI 2013] a étendu ces résultats à l'indentation sphérique.

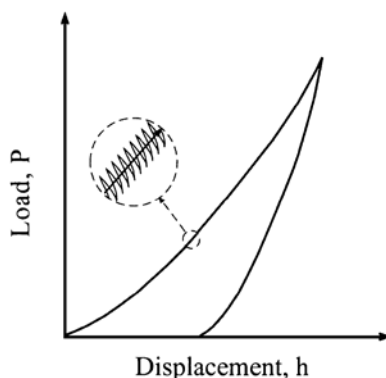


Figure III-3 – Principe de la mesure de raideur en continu [LI 2002].

### III.1.1.2. Choix de l'indenteur

Le comportement du contact entre l'indenteur et le matériau à caractériser, dépend essentiellement de la géométrie du contact et de la nature de ces deux solides mis en jeu. Le choix de l'indenteur est donc crucial et constitue la première étape dans l'essai d'indentation instrumentée. Dans un premier temps, se pose la question du matériau constitutif de l'indenteur. Etant donné que l'on cherche à minimiser la déformation de celui-ci, un matériau le plus rigide et le plus dur possible semble être la solution. Pour cela, le diamant est le candidat idéal avec, selon la littérature, un module d'Young allant de 800 à 1200 GPa (la valeur de 1070 GPa est usuellement utilisée, avec un coefficient de Poisson de 0,07) [FISCHER-CRIPPS 2 2004] et une dureté de Mohs<sup>m</sup> de 10/10. Il est également possible de trouver dans la littérature, des valeurs de dureté obtenues par nanoindentation pour le diamant. Par exemple, les travaux de [RICHTER 2000] ont permis d'évaluer avec un indenteur pyramidal à 3 faces d'angle 90°, des duretés de 95 GPa et 117 GPa, respectivement pour les faces {100} et {111}, d'un cristal de diamant synthétique.

D'autre part, la géométrie du contact conditionne la mécanique de l'essai (cf. chapitre II), et par conséquent les grandeurs exploitables, ainsi que les diverses méthodes et modèles pour les déterminer. Le type de caractérisation mécanique que l'on désire effectuer sur un matériau déterminera alors l'indenteur à utiliser. On distingue deux grandes familles d'indenteurs: les indenteurs autosimilaires dont la forme est un cône (au sens large) et tous les autres indenteurs dont la forme ne peut être assimilée à un cône (par exemple l'indenteur sphérique). Dans cette étude, 3 indenteurs différents sont utilisés : la sphère, le poinçon plat et l'indenteur de type Berkovich. Les géométries de ces indenteurs sont détaillées sur la Figure III-4. Ici, seul l'indenteur Berkovich est du type auto-similaire, avec un cône équivalent de demi-angle 70,32°. Des observations MEB ont été réalisées sur chaque indenteur afin de vérifier leur état de surface (cf. Figure III-5).

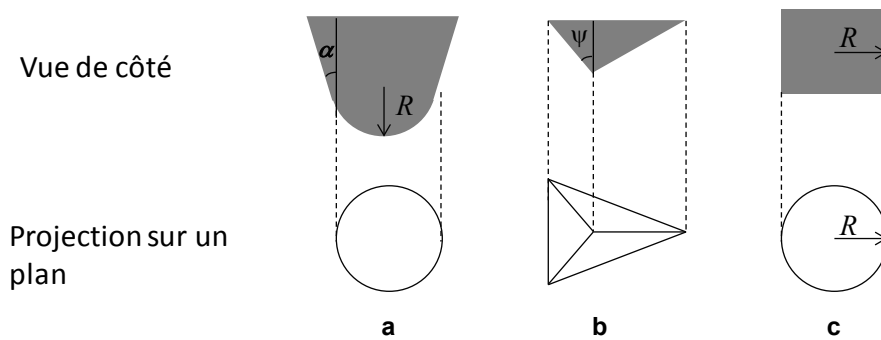
Chaque indenteur, supposé idéal (sans imperfection géométrique), est caractérisé par une fonction d'aire dite géométrique, notée  $A(h)$  (Tableau II-1). Notons que dans le cas du poinçon plat, la fonction d'aire est une constante, proportionnelle au rayon du poinçon. Remarquons également, que l'indenteur sphérique est en réalité cono-sphérique, et que la transition entre les deux parties opèrent avec l'hypothèse que le cône et la sphère soient tangents, à une profondeur définie par :

$$h_{trans} = R(1 - \sin(\alpha)) \quad \text{III-3}$$

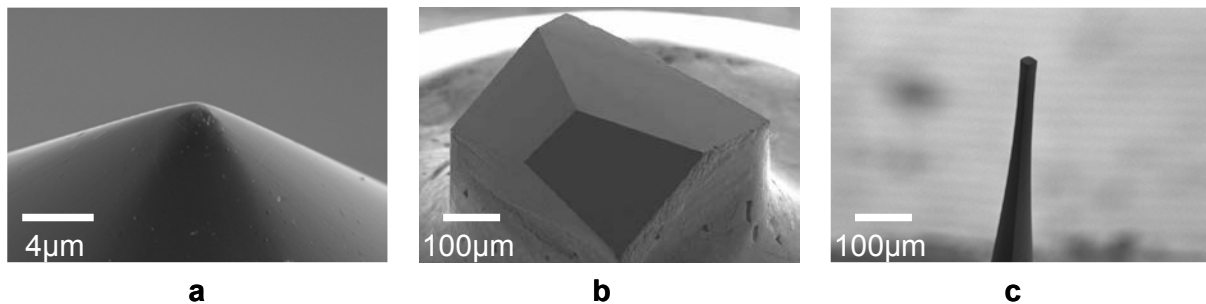
avec  $R$  le rayon de la sphère et  $\alpha$  le demi-angle au sommet du cône.

<sup>m</sup> Echelle qualitative proposée par Friedrich Mohs en 1822.





**Figure III-4 – Géométrie des indenters utilisés : a) indenteur sphérique de rayon  $R$  , b) indenteur de type Berkovich d'angle apical  $\Psi = 65,3^\circ$  et c) poinçon plat de rayon  $R$  .**



**Figure III-5 – Observations MEB des indenters utilisés : a) indenteur sphérique de rayon 450nm, b) indenteur de type Berkovich et c) poinçon plat de rayon équivalent 20μm.**

Indenteur sphérique <sup>n</sup>	Indenteur de type Berkovich	Poinçon plat
$A(h) = 2\pi R.h$	$A(h) = 3\sqrt{3} \tan^2 \Psi .h^2$	$A = \pi R^2$

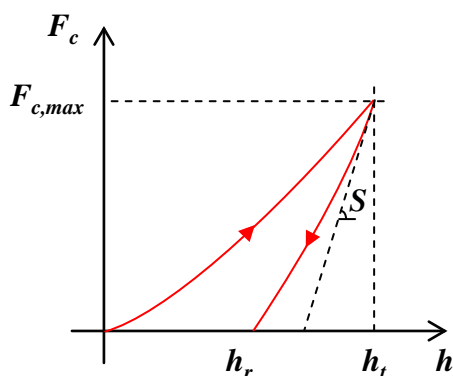
**Tableau III-2 – Fonctions d'aire théoriques des différents indenters utilisés.**

Enfin, il est important de souligner que le choix de l'indenteur conditionne le type de caractérisation mécanique mais aussi le protocole expérimental à utiliser. Ainsi la description de chaque protocole expérimental est donnée dans le chapitre IV lors de la présentation des résultats de caractérisations mécaniques. Les prochaines sections de cette partie sur l'essai de nanoindentation permettent d'expliquer et d'analyser les résultats expérimentaux obtenus durant ce travail de thèse.

### III.1.1.3. Analyse de la courbe force-déplacement

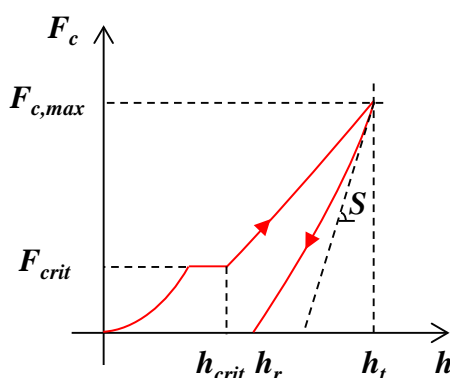
La courbe d'indentation instrumentée représente l'évolution de la force appliquée  $F_c$  en fonction de la pénétration  $h$  au cours de l'essai. L'allure de la courbe dépend directement des propriétés du matériau indenté et de la géométrie de l'indenteur utilisé. Un exemple de courbe est donné Figure III-6, dans le cas de l'indentation d'un matériau élastoplastique. La première phase correspond au chargement, durant lequel la force appliquée et la pénétration augmentent respectivement jusqu'à une force maximale  $F_{c,max}$  et un enfoncement maximal  $h_t$ . La seconde phase correspond quant à elle à la décharge, au cours de laquelle la force diminue et s'annule pour un enfoncement dit résiduel  $h_r$  (perte du contact entre l'indenteur et la surface du matériau).

<sup>n</sup> Relation valable uniquement pour des enfoncements inférieurs à la profondeur de transition.



**Figure III-6 – Représentation schématisée d'une courbe force-déplacement obtenue en nanoindentation instrumentée dans le cas d'un matériau élastoplastique.**

Notons que dans le cas d'un matériau purement élastique, les courbes de charge et de décharge se superposent. Par ailleurs, lors d'essais de nanoindentation en force imposée, certains matériaux montrent des « sauts de déplacements » (« pop-in » en anglais) durant la charge [GOKEN 2001]. Ce phénomène correspond à un enfoncement brutal de l'indenteur dans le matériau sans augmentation de la charge. Il se traduit sur la courbe force-déplacement, par un plateau horizontal (cf. Figure III-7). A contrario, si l'essai d'indentation instrumentée est contrôlé en déplacement, le « pop-in » correspond à une chute brutale de la force, pour un déplacement donné.



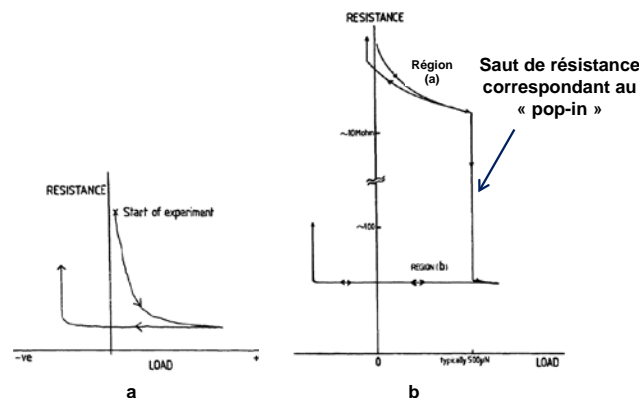
**Figure III-7 – Représentation schématisée d'une courbe force-déplacement avec un phénomène de « pop-in » obtenue en indentation instrumentée.**

Le phénomène de « pop-in » a été observé sur de nombreux matériaux (métaux, céramiques, alliages, intermétalliques, semi-conducteurs...) [MONTAGNE 2011]. Dans tous les cas, la déformation du matériau avant le « pop-in » est considérée comme réversible et purement élastique. Ainsi, le « pop-in » marque le début d'une déformation irréversible. Or, les mécanismes à l'origine de ce phénomène sont souvent controversés et de nombreuses hypothèses sont avancées selon le type de matériau et d'échantillon étudié. Certains auteurs proposent des mécanismes de nucléation de dislocations, d'autres la rupture d'un film fragile de surface, ou encore une interaction entre un film et la structure de dislocations sous-jacente.

Parmi les premiers essais d'indentation instrumentée à très faibles charges sur des métaux oxydés, Pethica et Tabor [PETHICA 1979] ont observé le « pop-in » de façon originale. Ils ont suivi l'évolution de la résistance électrique d'un circuit indenteur-échantillon, en fonction de la charge appliquée sur l'indenteur (cf. Figure III-8). L'indenteur est ici en Tungstène et les échantillons sont en Nickel, avec ou sans oxyde en surface. Plusieurs conclusions importantes ressortent de leur étude. Premièrement, dans le cas de l'échantillon de Nickel sans oxyde, la charge et la décharge ne sont pas

réversibles, ce qui laisse supposer une plastification du matériau (cf. Figure III-8-a). Dans le cas du Nickel recouvert d'un oxyde en surface, un comportement quasi-réversible est d'abord observé à faibles charges (cf. Figure III-8.b, région a), suggérant un contact élastique, avant qu'une chute brutale de la résistance électrique ne soit enregistrée, liée au phénomène de « pop-in », selon Pethica et Tabor. Deuxièmement, toujours dans le cas avec oxyde, la dureté mesurée est dix fois supérieure à celle obtenue macroscopiquement. L'auteur suppose donc, en se basant sur les travaux d'indentation de Gane et Bowden [GANE 1968], que l'observation du « pop-in » et la grande valeur de dureté mesurée proviennent du fait que la pression appliquée doit être du même ordre de grandeur que la contrainte limite théorique de cisaillement du matériau. Cependant, les mécanismes mis en jeu lors du phénomène de « pop-in », ne sont pas décrits par l'auteur. Selon Barnoush *et al.*, l'apparition d'un « pop-in » est directement liée à la densité de dislocation [BARNOUSH 2010]. Des paliers sur les courbes force-déplacement sont observés pour de l'Aluminium polycristallin (avec une taille de grain de 1mm), ayant un très faible taux de dislocation. Cet échantillon d'Aluminium polycristallin a été traité thermiquement à 600°C et à une pression de  $10^{-6}$  mbar. A contrario, aucun « pop-in » n'est observé pour de l'Aluminium polycristallin pré-écroui, autrement dit présentant une grande densité de dislocations. De plus, la formation de bourrelets autour de l'indent résiduel est mise en évidence au travers de mesures AFM pour l'échantillon pré-écroui. Ce résultat de formation de bourrelets pour des matériaux est en accord avec l'analyse par simulation par éléments-finis faite par [BOLSHAKOV 1998].

D'autres travaux plus récents ont confirmé la corrélation entre le « pop-in » et une chute de la résistance électrique, suggérant la fracture de l'oxyde natif [STAUFFER 2012]. Dans cette étude, des mesures de conductance entre un indenteur conducteur et des échantillons d'Aluminium et de Chrome recouverts de leurs oxydes natifs sont réalisées au sein d'un nanoindenteur. Pour l'échantillon d'Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, un « pop-in » de faible amplitude est alors directement relié à l'augmentation brutale de la conductance (cf. Figure III-9).



**Figure III-8 – Evolution de la résistance électrique en fonction de la charge appliquée : a) sur une surface de Nickel désoxydée et b) sur une surface oxydée de Nickel [PETHICA 1979].**

L'observation d'un « pop-in », associée à la rupture d'une couche de passivation ou une couche d'oxyde natif formée en surface d'un métal, a largement été évoquée dans la littérature [THOMAS 1993], [VENKATARAMAN 1993], [GERBERICH 1994], [CHECHENIN 1995], [WEPPELMANN 1996], [GERBERICH 1996], [BAHR 1998], [HAINSWORTH 1998], [KRAMER 2001], [PANG 2001], [BAHR 2003], [MORASCH 2005], [MORASCH 2007]. Gerberich *et al.* supposent que des dislocations sont nucléées dans le cœur du matériau au cours de la charge, et s'empilent à l'interface oxyde-métal (« pile-up » en anglais), pouvant induire la formation d'un bourrelet (cf. Figure III-10-1) [GERBERICH 1996]. Puis, lorsque la contrainte d'empilement est suffisante, la couche d'oxyde cède brutalement, ce qui permet à l'indenteur de s'enfoncer dans le matériau (cf. Figure III-10-2). Ils montrent par ailleurs, que la déformation est immédiatement élastoplastique, sans phase réversible, sans

discontinuité, pour des surfaces de Fer(3%)-Silicium totalement débarrassées de leur couche d'oxyde. De son côté, Kramer *et al.* [KRAMER 2001] relie leurs observations sur la formation de bourrelets sur des surfaces indentées de Tungstène à la présence de dislocations prises au piège sous une couche d'oxyde. Notons, que de nombreuses études portent sur des essais d'indentation d'échantillons mono- ou polycristallins d'Aluminium [GOULDSTONE 2000], [MINOR 2004], [MINOR 2006] et [TSURU 2006] et de Nickel [YANG 2007], avec la présence de l'oxyde natif, sans forcément prendre en compte le rôle joué par celui-ci sur l'apparition du « pop-in ». Parmi ces études, Gouldstone *et al.* ont par exemple démontré l'influence de l'épaisseur du film mince d'Aluminium sur la valeur de la charge critique à laquelle apparaît le « pop-in » [GOULDSTONE 2000].

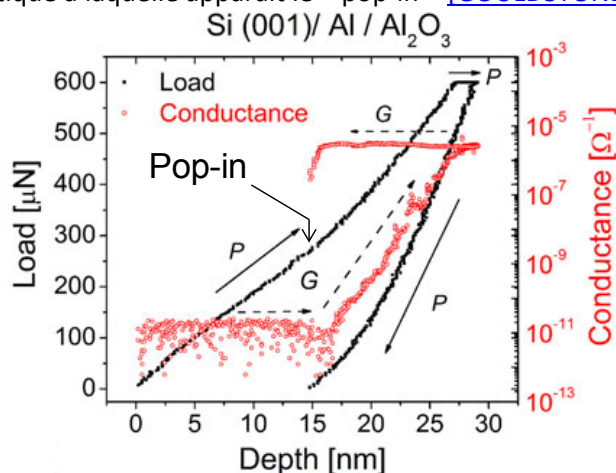


Figure III-9 – La courbe force-déplacement et la mesure de la conductance  $G$  mesurée simultanément pour un indent de  $600\mu\text{N}$ , dans un échantillon d'Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (natif) [STAUFFER 2012].

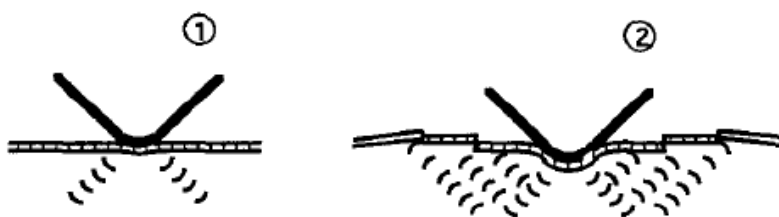


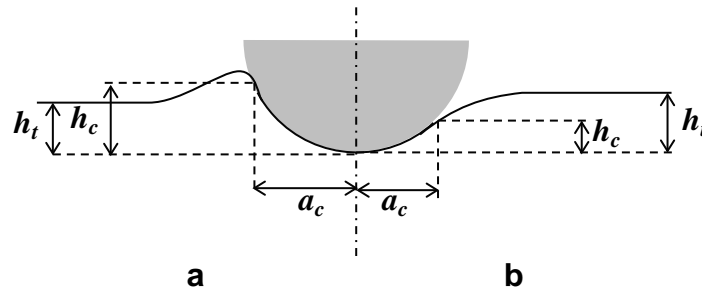
Figure III-10 – Représentation schématisée de la nucléation de dislocations à l'extrémité d'un indenteur en diamant : (1) nucléation en volume et (2) rupture de la couche d'oxyde [GERBERICH 1996].

Enfin, les essais d'indentation instrumentée réalisés sur une surface avec le même indenteur montrent une dispersion dans la charge critique d'apparition du « pop-in » [CHECHENIN 1995] et [CHIU 2002]. Cette dispersion est souvent traitée statistiquement à l'aide d'une répartition de Weibull (cf. § II.1.3.3). Toutefois, il existe un lien entre cette charge critique et l'amplitude du « pop-in » : plus la charge de déclenchement est élevée et plus l'amplitude est importante. Ainsi, le « pop-in » est perçu comme l'évènement qui marque la transition brutale d'un régime élastique à un régime continu de déformation élastoplastique [CHIU 2002].

Cette partie sur l'analyse des courbes force-déplacement a permis de relier le « pop-in » et une plastification du matériau à la fracture d'une couche surfacique fragile. De plus, le « pop-in » est lié à l'apparition de bourrelets autour de l'indent, ce qui modifie alors la topologie du contact. Il faut donc prendre en compte cette variation de l'aire de contact dans l'extraction des propriétés élastoplastiques du matériau à caractériser.

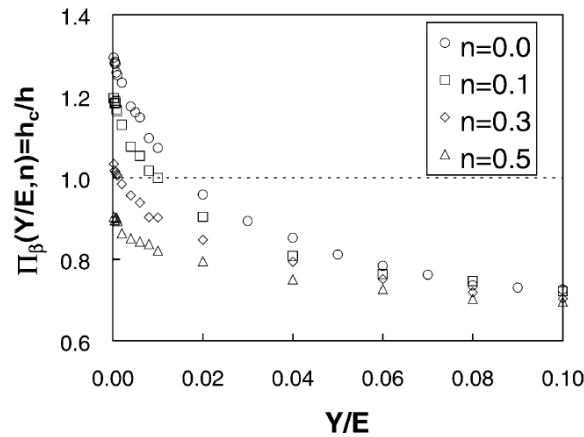
### III.1.1.4. Topologie du contact

En réalité, l'enfoncement total  $h_t$  de l'indenteur n'est jamais ou rarement égal à la profondeur de contact  $h_c$  et deux types de topologies de contact peuvent se produire (cf. Figure III-11). On distingue le cas où la surface du matériau se surélève par rapport à sa position au repos ( $h_c > h$ ), on parle alors de comportement de type bourrelet (« pile-up » en anglais) et le cas où la surface s'affaisse ( $h_c < h$ ), et on parle alors de comportement de type enfoncement (« sink-in » en anglais). Notons que le rayon de contact  $a_c$  et donc l'aire de contact  $A_c$  dépendent directement du type de comportement. Ainsi, la fonction d'aire de contact, notée  $A_c(h_c)$ , est proportionnelle à la profondeur de contact.



**Figure III-11 – Représentation schématique de la pénétration d'un indenteur dans un matériau :**  
**a) comportement de type bourrelet (« pile-up ») et**  
**b) comportement de type enfoncement (« sink-in »).**

Le comportement de la matière sous l'indenteur est fonction des propriétés mécaniques du matériau indenté (cf. Figure III-12) [BOLSHAKOV 1998], [CHENG 1998] et [CHENG 2004]. Ainsi, il y a formation de bourrelet ( $h_c/h > 1$ ), lorsque le coefficient d'écroissage est faible ( $<0,3$ ), et si le rapport de la limite élastique sur le module d'Young du matériau indenté est inférieur à 1%.



**Figure III-12 – Relations entre  $h_c/h$  et  $Y/E$  pour différentes valeurs de coefficients d'écroissage  $n$ , avec  $Y$  la limite élastique du matériau [CHENG 2004].**

Trois principaux modèles existent dans la littérature, afin de calculer la profondeur de contact  $h_c$ . En 1986, Doerner et Nix [DOERNER 1986 1] font l'hypothèse que la surface de contact ne varie pas au début de la décharge et proposent donc la relation :

$$h_c = h_t - \frac{F}{S}$$

III-4

En 1992, Oliver et Pharr [OLIVER 1992] proposent une formulation plus générale de la hauteur de contact:

$$h_c = h_t - \varepsilon \cdot \frac{F}{S} \quad \text{III-5}$$

où  $\varepsilon$  est une constante dépendante de la géométrie de l'indenteur : 0,72 pour les indenteurs coniques et 0,75 pour les paraboloïdes de révolution. Récemment, cette dernière valeur de 0,75 pour les paraboloïdes de révolution a été confirmée expérimentalement par Merle *et al.* [MERLE 2012]. Dans le cas d'un poinçon plat,  $\varepsilon = 1$  et on retrouve l'équation III-4 de Doerner et Nix. Or l'équation III-5 est incompatible avec la définition du bourrelet soit  $h_c/h_t > 1$ . Il existe toutefois le modèle de Loubet *et al.* [LOUBET 1993], permettant de prendre en compte la formation de bourrelets. Loubet *et al.* proposent la formule suivante, avec l'introduction d'un coefficient  $\alpha_L$ , fonction du matériau indenté:

$$h_c = \alpha_L \left( h_t - \frac{F}{S} \right) \quad \text{III-6}$$

Etant donné que la topologie du contact ne peut être connue durant l'essai de nanoindentation, le choix du modèle pour le calcul de la profondeur de contact n'est pas évident au premier abord. Ainsi, afin de savoir quel modèle utiliser, la topologie de surface est caractérisée post-mortem, au travers de l'aire résiduelle  $A_r$ . Cette empreinte résiduelle peut être mesurée par microscopie optique ou par microscopie à force atomique selon l'échelle. On suppose alors que la topologie résiduelle mesurée est fidèle à la topologie de contact durant le chargement. La présence ou l'absence de bourrelet indique alors le modèle à choisir. Cette méthode est appliquée pour l'ensemble des mesures réalisées par nanoindentation dans cette thèse.

### III.1.2 Extraction des propriétés élastiques

#### III.1.2.1. Matériau supposé semi-infini

Dans les années 70, [BULYCHEV 1973] et [SHORSHOROV 1982] sont les premiers à proposer de déterminer le module de Young réduit d'un matériau à partir des relations entre la force appliquée et le déplacement vertical pour l'indentation d'un solide élastique, proposées par Galin et Sneddon (cf. chapitre II). Ils proposent d'exprimer le module de Young réduit  $E'$  en fonction de la raideur de contact  $S$  (III-1) et de l'aire de contact  $A_c$ :

$$E' = \frac{E}{1-\nu^2} = \frac{S}{2\beta} \sqrt{\frac{\pi}{A_c}} \quad \text{III-7}$$

avec  $E$  et  $\nu$  respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson du matériau indenté. Le coefficient de correction  $\beta$ , fonction de la géométrie de l'aire de contact (1,034 pour un triangle, 1,000 pour un cercle et 1,012 pour un carré), est introduit suite à des calculs en éléments finis réalisés en 1987 par King [KING 1987] et réutilisé plus tard par [PHARR 1992]. Ce coefficient de correction  $\beta$  a également été repris par [HAY 1999] et [HAY 2001] afin de prendre en compte les imperfections de l'indenteur et la formation de bourrelets autour de l'indenteur.

La difficulté principale dans l'utilisation de cette formule dite de « BASH » pour (Bulychev, Alekhin et Shorshorov), est que l'aire de contact  $A_c$  est inconnue. Or, il a été vu précédemment que la fonction d'aire dépend de l'indenteur utilisé (cf. § III.1.1.2), mais aussi de la topographie de surface

(cf. Figure III-11). Ainsi, afin de déterminer l'aire de contact, il faut combiner les fonctions d'aires données dans le Tableau II-1, avec les modèles permettant de déterminer la profondeur de contact.

Notons, que les indenteurs ne sont pas parfaits en réalité et présentent des imperfections géométriques (pointe arrondie dans le cas de l'indenteur Berkovich, mauvaise sphéricité, etc.). Dans ce travail de thèse, les propriétés élastiques sont caractérisées à l'aide d'un indenteur Berkovich. Ainsi, en pratique, la fonction d'aire peut être exprimée pour ce type d'indenteur à l'aide d'un polynôme du type [\[OLIVER 1992\]](#):

$$A_c = Ch_c^2 + \sum_{i=0}^5 C_i h_c^{\frac{1}{2^i}} \quad \text{III-8}$$

Les coefficients  $C$  et  $C_i$  sont obtenus à partir d'essais d'indentation instrumentée réalisés dans de la Silice fondue (matériau amorphe et isotrope). Les coefficients sont ajustés de manière à obtenir un module d'Young réduit pour la Silice fondue constant sur toute la profondeur d'indentation et compris entre 69 et 74GPa et une dureté constante comprise entre 10 et 12GPa [\[FISCHER-CRIPPS 2 2004\]](#).

Par ailleurs, le module de Young réduit  $E'$  déterminé à partir de la relation III-7 est une combinaison du module d'Young réduit  $E'_{mat}$  du matériau indenté et du module d'Young réduit de l'indenteur  $E'_{ind}$ .

$$E' = \left( \frac{1}{E'_{mat}} + \frac{1}{E'_{ind}} \right)^{-1} \quad \text{III-9}$$

Connaissant les propriétés élastiques de l'indenteur (Tableau III-3), il est alors possible de calculer le module d'Young réduit  $E'_{mat}$  du matériau indenté :

$$E'_{mat} = \left( \frac{1}{E'} - \frac{1 - \nu_{ind}^2}{E'_{ind}} \right)^{-1} \quad \text{III-10}$$

Matériau	Module d'Young ( $E_{ind}$ )	Coefficient de Poisson ( $\nu_{ind}$ )
Diamant	1070GPa	0,07

**Tableau III-3 – Propriétés élastiques du diamant** [\[FISCHER-CRIPPS 2 2004\]](#).

Finalement, à l'aide des relations données dans ce paragraphe, il est possible de déterminer avec des essais de nanoindentation, le module d'Young d'un matériau massif. Mais que se passe-t-il lorsque le matériau indenté est une couche mince déposée sur un empilement de matériaux ou sur un substrat massif ?

## III.1.2.2. Modèle élastique film mince sur substrat

En microélectronique, les couches minces sont indispensables dans la réalisation de puces et le plus souvent, il s'agit d'empilements de couches minces (présence de couche d'accroche, de passivation, etc.). Cependant, dissocier les propriétés mécaniques d'un film de celles du substrat ou des couches sous-jacentes, en indentation instrumentée n'est pas simple. Nous ne parlerons plus de module d'Young réduit du matériau  $E'_{mat}$  mais de module d'Young réduit équivalent  $E'_{eq}$ , lequel est fonction des modules d'Young réduits du film  $E'_f$  et du substrat  $E'_s$ , et de l'épaisseur  $t$  du film.

$$E'_{eq} = f(E'_f; E'_s; t) \quad \text{III-11}$$

avec  $E'_f$  et  $E'_s$  respectivement donnés par les relations suivantes :

$$E'_f = \frac{E_f}{1-\nu_f^2} \quad \text{et} \quad E'_s = \frac{E_s}{1-\nu_s^2} \quad \text{III-12}$$

Notons, que le module d'Young équivalent (cf. Equation III-11) est corrigé de la contribution élastique de l'indenteur (cf. Equation III-10). Ainsi, pour s'affranchir de l'effet du substrat, il est communément admis que la profondeur d'indentation doit être inférieure à 10% de l'épaisseur du film [\[BUCKLE 1961\]](#). Même si cette règle n'a pas de fondement physique, elle est expérimentalement vérifiée sur des épaisseurs de films supérieures au micron. Pour des épaisseurs de quelques centaines de nanomètres, cette règle est difficilement applicable à cause des imperfections de la pointe et de la rugosité des matériaux limitant l'enfoncement exploitable à des valeurs supérieures à quelques dizaines de nanomètres. Par conséquent, il est nécessaire de développer des modèles permettant de séparer les propriétés élastiques du film et de celles du substrat.

C'est en ce sens que plusieurs solutions ont été proposées dans la littérature. Doerner et Nix [\[DOERNER 1986 1\]](#) abordent cette problématique pour un indenteur Berkovich en proposant un modèle empirique. Ce modèle est repris ultérieurement par King [\[KING 1987\]](#), qui l'étend à d'autres géométries. De nombreuses solutions numériques avec un contact élastique sont proposées (Perriot *et al.* [\[PERRIOT 2004\]](#), Yu *et al.* [\[YU 1990\]](#), Gao *et al.* [\[GAO 1992\]](#), Chen et Vlassak [\[CHEN 2001\]](#)...). D'autre part, une généralisation de plusieurs modèles simples, dont les modèles linéaire, exponentiel et exponentiel réciproque, est proposée par Mencik *et al.* [\[MENCIK 1997\]](#). En parallèle, Bec *et al.* [\[BEC 2006\]](#) modélisent le film sur le substrat, par une mise en série de ressorts, qui aboutit à une solution analytique simple. Les récents travaux de Li et Vlassak [\[LI 2009\]](#) et de Sakai *et al.* [\[SAKAI 2010\]](#), ont permis de résoudre la problématique film / substrat, mais en aboutissant à des modèles complexes. Enfin, un modèle a été développé par Hay [\[HAY 2011\]](#), capable de prédire un module d'Young équivalent sur un large domaine ( $0,1 < E'_f/E'_s < 10$ ), en utilisant une analyse par la méthode des éléments finis.

Par ailleurs, la plupart des modèles élastiques développés pour le cas film mince/substrat font appel à l'épaisseur  $t$  du film mince. Aussi, certains auteurs proposent de prendre en compte le volume de matériau plastifié dans le film mince lors de l'essai d'indentation instrumentée [\[MENCIK 1997\]](#) et [\[BEC 2006\]](#). La relation suivante permet d'avoir ainsi une épaisseur effective  $t_{eff}$  corrigée des effets de la plastification :

$$t_{eff} = t - \frac{h_c}{3} \quad \text{III-13}$$

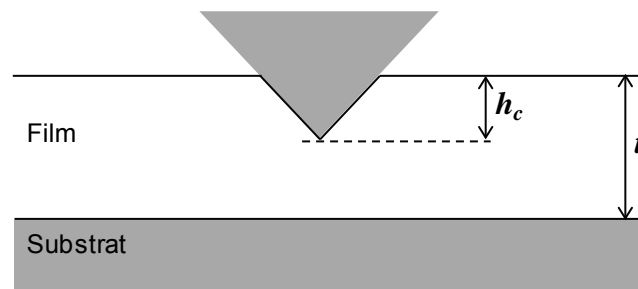


Figure III-13 – Prise en compte du volume plastifié sous l'indenteur.



Cependant, l'ensemble de modèles présentés ici ne fonctionne que dans le cas d'un seul film mince sur un substrat. Or, dans notre étude, les échantillons utilisés pour les essais d'insertion sont des multicouches déposées sur substrat. C'est donc dans l'optique de pouvoir caractériser mécaniquement nos échantillons, que nous avons développé un modèle élastique multicouche. Dans ce travail de thèse, une extension du modèle de Bec *et al.* [BEC 2006] est proposée afin de s'affranchir de l'effet des couches sous-jacentes et du substrat [MERCIER 2010]. Notons qu'une première extension du modèle de Bec, pour le cas du système bicouche sur substrat, a été proposée par [PAILLER-MATTEI 2007] pour la mesure des propriétés élastiques *in vivo* de la peau humaine par essais d'indentation instrumentée. Enfin, un modèle semi-analytique a été développé récemment par Constantinescu *et al.*, dans le cas de l'indentation axisymétrique d'un échantillon multicouche élastique semi-infini [CONSTANTINESCU 2013].

### III.1.2.3. Modèle élastique de Bec

Bec *et al.* proposent un modèle élastique simple pour l'indentation d'un film mince homogène déposé sur un substrat considéré comme un espace semi-infini [BEC 2006]. Pour une profondeur d'indentation donnée, le contact est assimilé à celui d'un plot cylindrique rigide de rayon  $a$  égal au rayon de contact existant entre l'indenteur et le film. Le système est alors modélisé par deux ressorts en série (cf. Figure III-14).

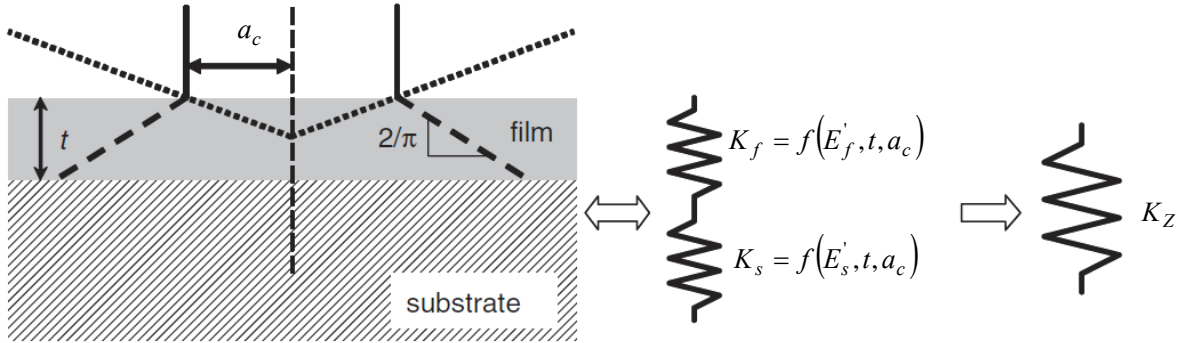


Figure III-14 – Représentation schématique du modèle élastique de Bec [BEC 2006].

La raideur totale du système (film + substrat)  $K_Z$  est définie par la somme réciproque des raideurs de film  $K_f$  et de substrat  $K_s$  chacune d'entre elles étant pondérée par une fonction polynomiale, respectivement  $f_f(a_c)$  et  $f_s(a_c)$ , de la forme :

$$K_f = \pi a_c^2 \frac{E'_f}{t}, \quad K_s = 2E'_s a_c, \quad K_Z = 2E'_{eq} a_c \quad \text{III-14}$$

$$f(a_c) = 1 + k a_c^\delta \quad \text{III-15}$$

$$\frac{1}{K_Z} = \frac{1}{f_f(a_c) K_f} + \frac{1}{f_s(a_c) K_s} \quad \text{III-16}$$

Les constantes  $k$  et  $\delta$  de la relation III-15 sont déterminées afin d'assurer les comportements limites suivants :

- le film doit se comporter comme un matériau massif lorsque le rayon de contact est très petit devant son épaisseur ;
- lorsque le film et le substrat ont les mêmes propriétés élastiques, la raideur de contact totale du système doit être égale à celle du substrat massif.

Ces conditions aux limites imposent  $k = 2t/\pi$  et  $\delta = 1$ . C'est-à-dire :

$$f_f(a_c) = f_s(a_c) = 1 + \frac{2t}{\pi a_c} \quad \text{III-17}$$

Soit :

$$\frac{1}{K_Z} = \frac{t}{(\pi a_c^2 + 2ta_c)E'_f} + \frac{1}{2(a_c + 2t/\pi)E'_s} = \frac{1}{2a_c \cdot E'_{eq}} \quad \text{III-18}$$

#### III.1.2.4. Modèle élastique multicouche

Dans cette partie, le modèle de Bec *et al.* est étendu à un système élastique multicouche [MERCIER 2010]. Soit un empilement de  $(N + 1)$  films sur un substrat (cf. Figure III-15). Le contact est identifié à celui d'un plot cylindrique rigide de rayon égal au rayon de contact  $a_{c,0}$  existant entre l'indenteur et le film. Le modèle monocouche est alors appliqué en assimilant le substrat et les  $N$  couches sous-jacentes à un substrat de module d'Young effectif  $E'_{eff}$ . Il en résulte une raideur totale  $K_Z$  donnée par :

$$\frac{1}{K_Z} = \frac{t}{(\pi a_{c,0}^2 + 2t_0 a_{c,0})E'_{f,0}} + \frac{1}{2(a_{c,0} + 2t_0/\pi)E'_{eff}} \quad \text{III-19}$$

Le deuxième terme de la relation III-19 correspond à la raideur de contact entre un plot cylindrique rigide de rayon  $a_{c,1} = (a_{c,0} + 2t_0/\pi)$  et un substrat de module d'Young  $E'_{eff}$ . Cette raideur peut être assimilée à celle calculée en appliquant à nouveau le modèle monocouche à l'empilement sous-jacent composé du substrat et des  $N - 1$  films. Ceci permet de définir un nouveau rayon de contact  $a_{c,2}$  pour un nouveau substrat effectif. Par itérations successives jusqu'au substrat, on obtient l'expression du module d'Young réduit équivalent  $E'_{eq}$  en fonction des épaisseurs  $t_i$  et des modules d'Young réduits de chaque couche  $E'_{f,i}$  et du substrat  $E'_s$  :

$$\frac{1}{K_Z} = \frac{1}{2a_{c,0}E'_{eq}} = \sum_{i=0}^N \frac{t_i}{(\pi a_{c,i}^2 + 2t_i a_{c,i})E'_{f,i}} + \frac{1}{2(a_N + 2t_N/\pi)E'_s} \quad \text{III-20}$$

$$\text{avec } a_{c,i+1} = a_{c,i} + \frac{2t_i}{\pi} \quad \text{III-21}$$

Connaissant le module d'Young réduit  $E'_{f,s}$  des  $N$  couches sous-jacentes, l'épaisseur  $t_i$  de toutes les couches et le module d'Young réduit du substrat  $E'_s$ , il est possible en utilisant la relation III-22, de connaître le module d'Young réduit de la première couche ( $i = 0$ ) avec l'équation suivante :

$$E'_{f,0} = \left[ \frac{\pi a_{c,0}^2 + 2a_{c,0}t_0}{t_0} \left[ \frac{1}{2a_{c,0}E'_{eq}} - \left( \sum_{i=1}^N \frac{t_i}{(\pi a_{c,i}^2 + 2t_i a_{c,i})E'_{f,i}} + \frac{1}{2(a_N + 2t_N/\pi)E'_s} \right) \right] \right]^{-1} \quad \text{III-22}$$

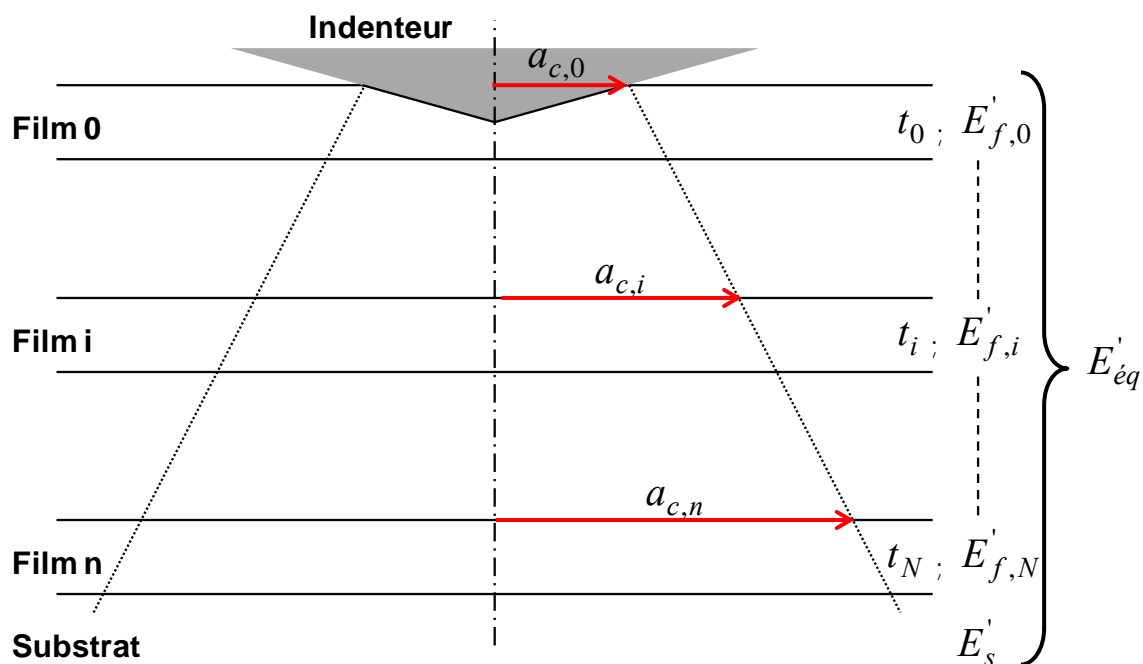


Figure III-15 – Représentation schématic du modèle élastique multicouche [MERCIER 2010].

La procédure d'utilisation du modèle multicouche consiste à mesurer la raideur de contact  $S$  en fonction de la profondeur d'indentation  $h$  pour toutes les couches depuis le substrat seul jusqu'à l'empilement complet (cf. Figure III-16). Ainsi, par itérations successives en utilisant le modèle multicouche proposé, on extrait des mesures de  $S$  la valeur du module d'Young réduit de chaque couche.

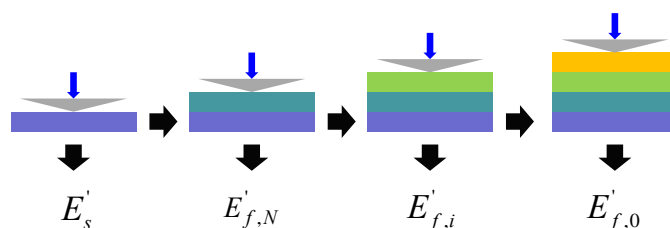


Figure III-16 – Procédure expérimentale utilisée pour la validation du modèle élastique multicouche [MERCIER 2010].

Afin de valider le modèle et la méthodologie proposés, des essais d'indentation instrumentée ont été réalisés sur un empilement tricoche Au/Ti/SiO<sub>2</sub> déposé sur un substrat de Silicium [MERCIER 2010]. Les différents films de l'empilement ont des épaisseurs respectives d'environ 520, 565 et 529nm (cf. Figure III-17-a). Chaque couche de l'empilement a été caractérisée selon la procédure présentée Figure III-16 et les valeurs moyennes (30 essais) des modules d'Young mesurées sont données dans le Tableau III-4.

Substrat de Silicium	Oxyde thermique de Silicium (SiO <sub>2</sub> )	Film mince de Titane
(167 ± 4)GPa	(67 ± 2)GPa	(107 ± 6)GPa

**Tableau III-4 – Modules d'Young réduits mesurés pour le substrat et extraits pour les 2 premières couches de l'empilement à l'aide du modèle élastique multicouche.**

En ce qui concerne le film d'Or, une observation AFM (cf. Figure III-17-b), nous indique la présence de bourrelets, ce qui nous pousse à utiliser le modèle de Loubet (cf. Equation III-6), pour le calcul de la profondeur de contact. Ainsi, à partir de ces observations, des valeurs d'épaisseurs corrigées à l'aide de la relation III-13 et des valeurs de modules d'Young réduits des couches sous-

ajoutées précédemment, il est possible d'exploiter les essais de nanoindentation. Le module d'Young réduit équivalent (cf. Equation III-11) est alors tracé en fonction de l'enfoncement sur l'épaisseur du film d'Or (cf. Figure III-18).

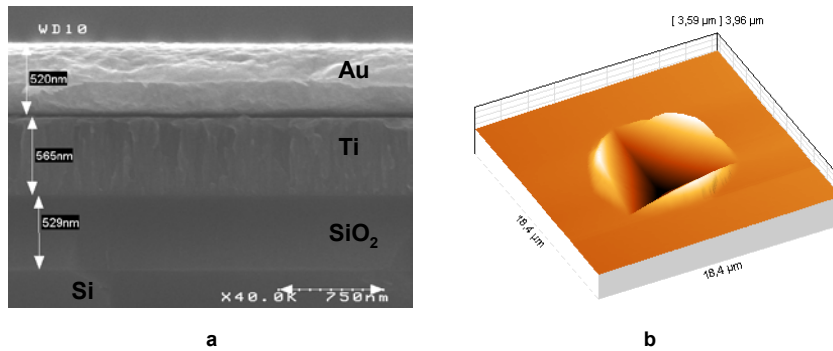


Figure III-17 – a) Vue en coupe au MEB de l'empilement tricouche Au/Ti/SiO<sub>2</sub> déposé sur un substrat de Silicium et b) observation par AFM d'un indent réalisé dans l'empilement Au/Ti/SiO<sub>2</sub>/Si [MERCIER 2010].

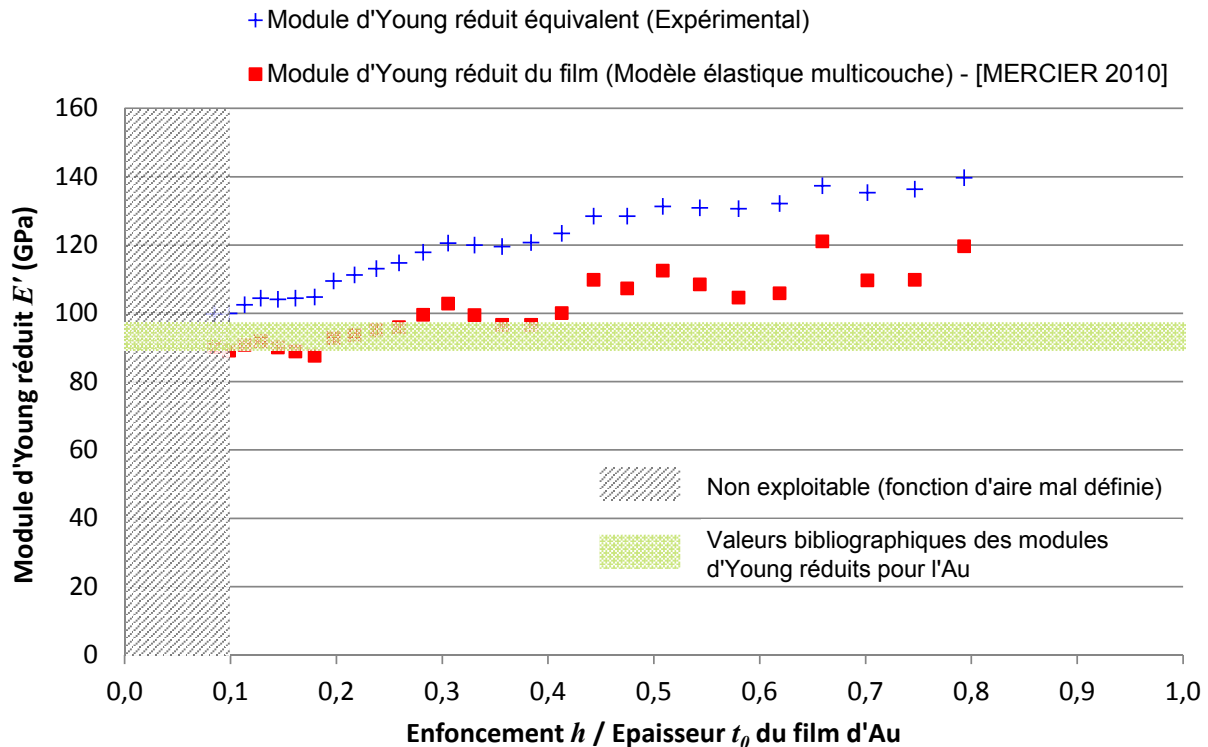


Figure III-18 – Validation du modèle élastique multicouche sur un empilement Au/Ti/SiO<sub>2</sub>/Si, avec extraction des propriétés élastiques du film mince d'Or ( $E_{Au} = 74GPa$  pour  $0,1 < h_t / t_0 < 0,5$ ) [MERCIER 2010].

L'influence du substrat et des couches sous-jacentes est clairement mise en évidence au vue de l'évolution croissante des valeurs du module d'Young réduit équivalent, mesuré expérimentalement. Sur le même graphique, est tracé le module d'Young réduit du film d'Or, obtenu avec l'équation III-22, après avoir fixé les épaisseurs et les modules d'Young de tous les films mesurés préalablement. Le modèle élastique multicouche permet de corriger de manière significative les données brutes mesurées avec le nanoindenteur. Une valeur moyenne de module d'Young réduit du film d'Or de 90GPa est alors calculée sur l'intervalle  $0,1 < h_t / t_0 < 0,5$ . A partir de l'équation III-12, un

module d'Young de 74GPa est calculé avec un coefficient de Poisson de 0,42 [LEVY 2001]. Cette valeur est en accord avec les valeurs moyennes de l'ordre de (74-80)GPa, trouvées dans la bibliographie [LEVY 2001], [FISCHER-CRIPPS 2 2004] et [BEC 2006]. Les valeurs de module d'Young trouvées pour le film d'Or dans l'intervalle  $0,5 < h_t / t_0 < 1$ , sont supérieures aux valeurs de la bibliographie. Cette augmentation peut provenir d'une densification de la matière sous l'indenteur ou de la formation de bourrelets plus importants du fait du confinement de la couche mince supérieure par le substrat plus rigide.

Ce modèle élastique multicouche et la méthodologie présentés ci-dessus, ont été utilisés pour caractériser les différents empilements de matériaux rencontrés durant ce travail de thèse. Parallèlement, les essais de nanoindentation permettent aussi de déterminer les propriétés plastiques des matériaux. La prochaine partie donne les éléments nécessaires à l'extraction de la dureté d'un matériau, à partir d'une courbe force-déplacement.

### III.1.3 Extraction des propriétés plastiques

Les propriétés plastiques d'un matériau peuvent se résumer, au premier ordre, à la limite élastique, la dureté et le coefficient d'écrouissage. Dans ce travail de thèse, nous nous intéressons plus particulièrement à la mesure de dureté par nanoindentation. La dureté, telle qu'elle a été définie au chapitre II, est la pression à partir de laquelle le régime purement plastique est atteint. En pratique, la dureté est définie selon la relation suivante [OLIVER 1992] :

$$H = \frac{F_c}{A_c} \quad \text{III-23}$$

avec  $F_c$  la force appliquée et  $A_c$  l'aire de contact. Notons, que parce que cette définition de la dureté se base sur l'aire de contact durant la charge, les valeurs obtenues peuvent être différentes des duretés calculées traditionnellement à partir de l'aire résiduelle, surtout si le retour élastique du matériau est significatif après la décharge.

Cette formule n'est toutefois valable que pour des matériaux massifs. Or dans notre cas, les matériaux sont des films minces de quelques centaines de nanomètres. Usuellement, l'équation III-23 est employée pour des films minces sur substrat, si la profondeur de pénétration ne dépasse pas 40% de l'épaisseur du film. Or cette règle empirique, comme la règle des 10% pour la mesure des propriétés élastiques, n'a pas de fondement physique. Il est cependant possible de justifier l'utilisation de cette relation, en calculant le rayon de la zone plastique sous un indenteur conique, à partir de l'équation II-57, donnée au chapitre II. Ainsi, si ce rayon est inférieur à l'épaisseur du film mince pour une force donnée, il n'y a pas de confinement de la zone plastique et donc la dureté calculée pour le film mince n'est pas influencée par le substrat ou les couches sous-jacentes.

Dans le cas où l'influence du substrat et des couches sous-jacentes est significative sur l'extraction de la dureté du film mince, il est possible d'utiliser des modèles de dureté prenant en compte ce paramètre. Comme pour le module d'Young il est possible d'exprimer la dureté équivalente  $H_{eq}$  d'un film mince sur substrat en fonction de la dureté du film mince  $H_f$  et de celle du substrat  $H_s$  :

$$H_{eq} = f(H_f; H_s) \quad \text{III-24}$$

Par exemple, dans le cas d'un film déposé sur un substrat, citons le modèle de [JONSSON 1984], faisant appel à une loi de mélange surfacique et celui de [BURNETT 1987], avec une loi de mélange volumique. Dans le cas de systèmes multicouches, plusieurs extensions du modèle de [JONSSON 1984] ont été proposées, comme par exemple avec les travaux de [ENGEL 1992] et [RAHMOUN 2009]. Plus récemment le travail de thèse de [ARRAZAT 2012] ont permis d'aboutir à un

modèle multicouche faisant appel à une loi de mélange volumique, basé sur les travaux de [\[SARGENT 1986\]](#). Enfin, cette première partie a permis de présenter l'essai de nanoindentation, l'analyse des courbes force-déplacement, ainsi que les principaux modèles utilisés dans l'exploitation des résultats expérimentaux présentés dans le chapitre IV. La prochaine partie est consacrée à la présentation de l'essai d'insertion, permettant de réaliser une microinsertion unitaire au sein du nanoindenteur.

## III.2. Essai de microinsertion

L'objectif de ce dispositif est de reproduire de manière unitaire, l'étape de microinsertion du procédé de thermocompression (cf. chapitre I). Il faut donc créer un contact mécanique et électrique entre un microinsert de Nickel et un film mince métallique d'Aluminium, à la même échelle (microscopique), tout en contrôlant le temps de mise en contact, la force appliquée et les paramètres électriques. Pour cela, nous utilisons un dispositif expérimental permettant de réaliser ce type d'essai, développé durant les travaux de thèse de [\[DIOP 2009\]](#). Le plus difficile étant de maintenir constante une force dans ce domaine et de contrôler son application (mesure, dérive, vitesse de chargement...), le montage de Diop passe donc obligatoirement par l'utilisation d'un instrument capable de réaliser ces actions, à savoir le nanoindenteur. Cette partie a donc pour objet de présenter les échantillons, puis le dispositif expérimental et son utilisation pour des mesures mécaniques et électriques, ainsi que les protocoles de mesures associés.

### III.2.1 Présentation des échantillons

#### III.2.1.1. Description des échantillons

Les échantillons utilisés pour nos essais sont fidèles à ceux du procédé de report de puce par microinsertion. De plus, les échantillons sont les mêmes pour les essais avec ou sans mesure électrique. Nous distinguerons deux échantillons, celui avec le microinsert de Nickel et celui avec le film mince d'Al(Cu).

Le premier échantillon est un empilement de couches minces avec la présence d'un microinsert de Nickel en surface, le tout déposé sur un substrat de Silicium oxydé (cf. Figure III-19-a). Le microinsert fait environ 8 à 10  $\mu\text{m}$  de haut et a un diamètre d'environ 12  $\mu\text{m}$  (cf. Figure III-20). Le second échantillon est constitué d'une couche mince d'Al(Cu) déposée par PVD, sur un substrat de Silicium oxydé (cf. Figure III-19-b). Le substrat de Silicium et l'oxyde de Silicium ( $\text{SiO}_2$ ) sont identiques à ceux de l'échantillon avec le microinsert. La couche mince d'Al(Cu) a une épaisseur de 650nm et une taille de grain fonction des paramètres de dépôt (température, puissance du plasma, durée du dépôt) (cf. Figure III-21).

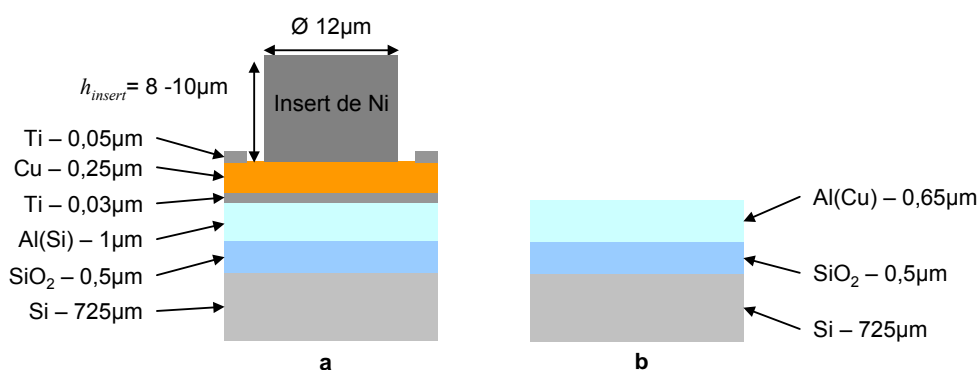


Figure III-19 – Représentations schématiques en coupe a) de l'échantillon avec le microinsert de Nickel et b) de l'échantillon avec le film mince d'Al(Cu).

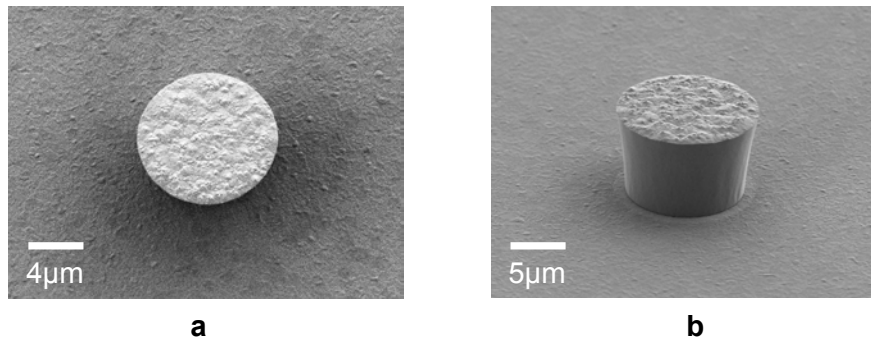


Figure III-20 – a) Vue de dessus et b) vue inclinée à 60° au MEB d'un microinsert de Nickel.

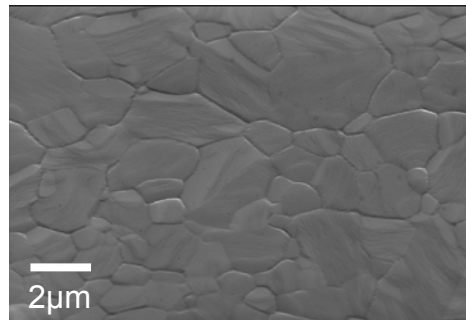


Figure III-21 – Observation MEB de la surface d'un échantillon avec le film mince d'Al(Cu).

Une description plus détaillée est donnée chapitre IV, lors de la présentation des résultats de caractérisations mécaniques. Après avoir présenté succinctement les échantillons, nous allons expliquer comment les préparer afin de pouvoir les utiliser pour les essais de microinsertion.

#### III.2.1.2. Préparation des échantillons pour les essais

Les échantillons présentés dans la section précédente sont élaborés sur des plaques de Silicium de 200mm de diamètre. Il faut donc découper les substrats sous forme de puces, afin de pouvoir utiliser les échantillons dans les essais de microinsertion. Dans le cas de l'échantillon avec le film mince d'Al(Cu), des puces carrées de quelques mm<sup>2</sup> sont obtenues par clivage manuel, à l'aide d'une pointe en diamant. Mais dans le cas de l'échantillon avec le microinsert, une découpe précise est effectuée à l'aide d'une scie circulaire (dédiée à la découpe des puces en Silicium), afin d'obtenir des puces carrées de 3mm de côté, sans abîmer les microinserts. La découpe est réalisée de manière à isoler le microinsert dans un des 4 coins de chaque puce, à 100μm du bord (cf. Figure III-22).

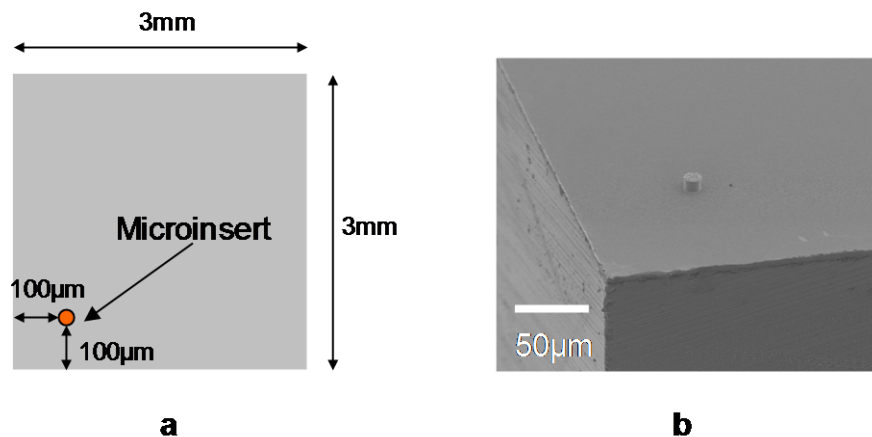
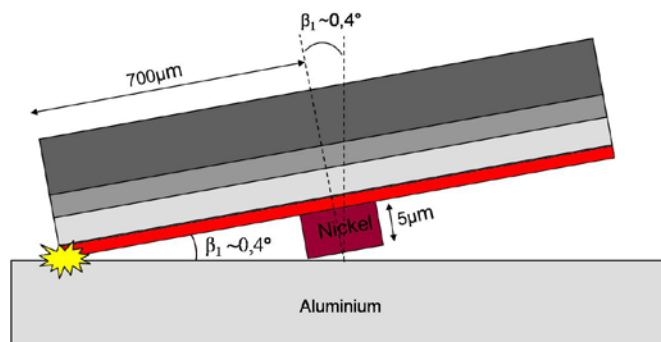


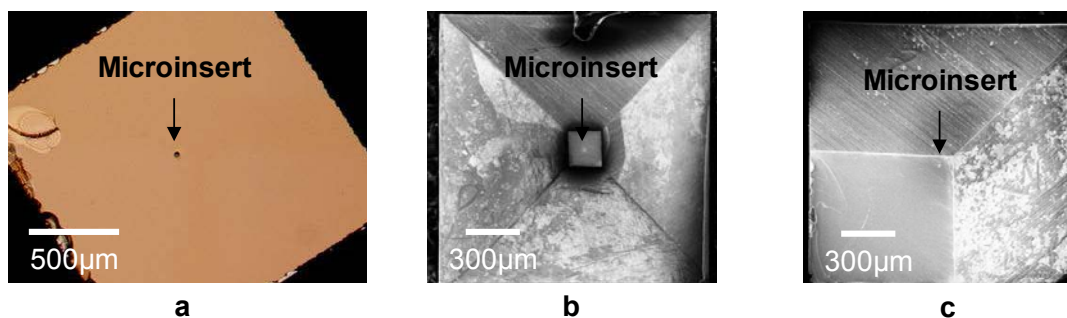
Figure III-22 – a) Schématisation d'une puce avec microinsert et b) observation (à 60°) au MEB d'un microinsert dans le coin d'une puce.



Il est important de noter que dans les essais réalisés par Diop, le microinsert se trouvait au centre de la puce, contrairement à nos échantillons. Cette géométrie impliquait un risque important de contact avec les bords des puces lors de l'essai de microinsertion, si le désalignement entre puces était trop important (cf. Figure III-23). Cela obligeait donc l'expérimentateur à usiner et polir ses échantillons (cf. Figure III-24).



**Figure III-23 – Contact entre une puce avec microinsert et une puce avec un film mince d'Aluminium pour un désalignement de 0,4° [DIOP 2009].**



**Figure III-24 – Observations de puces découpées pour les essais de Diop : a) avant polissage, b) après polissage (essai mécanique) et c) après polissage (essai électrique) [DIOP 2009].**

Dans notre cas, le problème est différent étant donné que le microinsert est placé dans un coin de la puce. Cette configuration géométrique a été envisagée afin d'éviter l'étape de polissage. Ainsi, l'essai de microinsertion doit être effectué entre un coin de la puce avec le film d'Al(Cu) et le coin avec le microinsert de l'autre puce (cf. Figure III-25). L'objectif est de faire l'insertion à 100 μm des bords dans le coin de la puce inférieure. Dans ce cas précis, les bords des puces ne peuvent se toucher que pour un désalignement entre les puces supérieur à un angle critique  $\theta_c$  de 5,7° (cf. Figure III-25-c).

Avec cette configuration, l'étape de polissage des puces est évitée. Cependant, cette différence avec le protocole expérimental de Diop, contraint à ajouter une étape de palpage, afin de trouver le coin de la puce inférieure avec le film mince d'Al(Cu), pour réaliser l'essai. L'étape de palpage est décrite dans la section III.2.2.2 avec le protocole expérimental.

Enfin, une fois les puces découpées, elles sont systématiquement passées dans un équipement de gravure plasma  $O_2$ , afin d'éliminer les couches organiques de surface (résidus de résine...). La gravure se fait à une puissance incidente de 650W et durant 5 minutes, avec un débit d' $O_2$  de 15 cm<sup>3</sup>/min.

Après avoir présenté les échantillons utilisés et leurs préparations, nous allons maintenant décrire l'essai de microinsertion purement mécanique d'un plot dans un film mince.



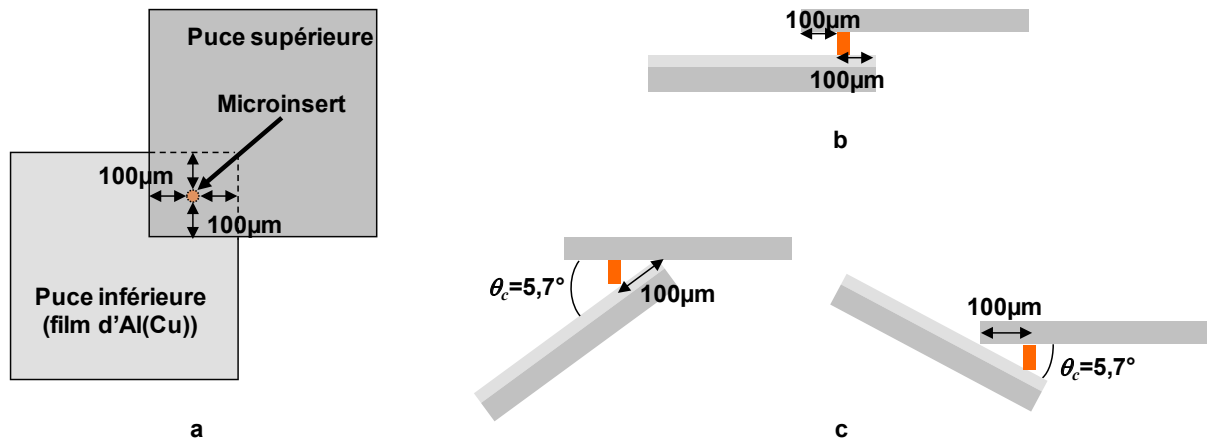


Figure III-25 – Schématisation de l'essai de microinsertion avec nos échantillons : a) vue de dessus, b) vue de côté (puces parallèles) et c) vues de côté (puces désalignées).

### III.2.2 Insertion purement mécanique d'un plot dans un film mince

Dans un premier temps, le dispositif de microinsertion pour l'essai purement mécanique développé par Diop est présenté. Le protocole expérimental est ensuite décrit.

#### III.2.2.1. Dispositif pour une insertion purement mécanique

Cette partie est consacrée à la description de l'essai de microinsertion purement mécanique. Le dispositif expérimental se compose alors de deux éléments. Le premier est une platine, permettant de régler l'inclinaison de la puce, avec en son centre un emplacement pour le support cylindrique, sur lequel la puce avec un film mince d'Al(Cu) est collée (cf. Figure III-26-a). Le support central peut être incliné de  $\pm 2^\circ$  au maximum par rapport à l'horizontale et cela dans les deux directions du plan grâce à deux vis micrométriques. La platine d'inclinaison est fournie avec un socle adaptateur pour l'insertion dans le support de platine du nanoindenteur. Le second élément du dispositif est un support de tête, constitué d'un disque comprenant une zone centrale carrée de  $3 \times 3 \text{ mm}^2$  servant à accueillir les puces avec microinsert. Le disque est solidaire d'une vis de filetage de diamètre 1,6mm. L'extrémité inférieure de la colonne renferme un trou taraudé ce qui permet l'installation du support à la place de la pointe d'indentation (cf. Figure III-26-b).

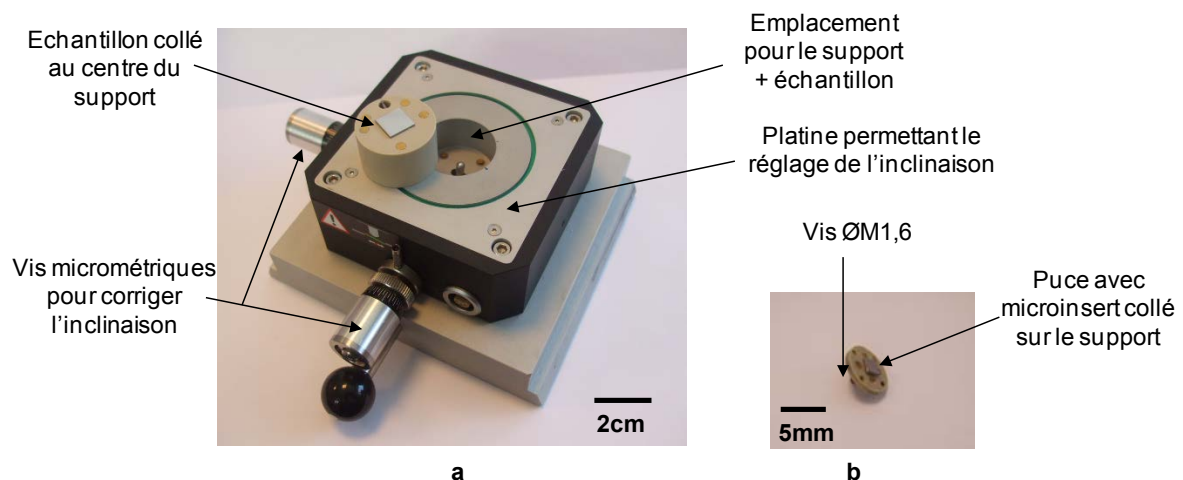
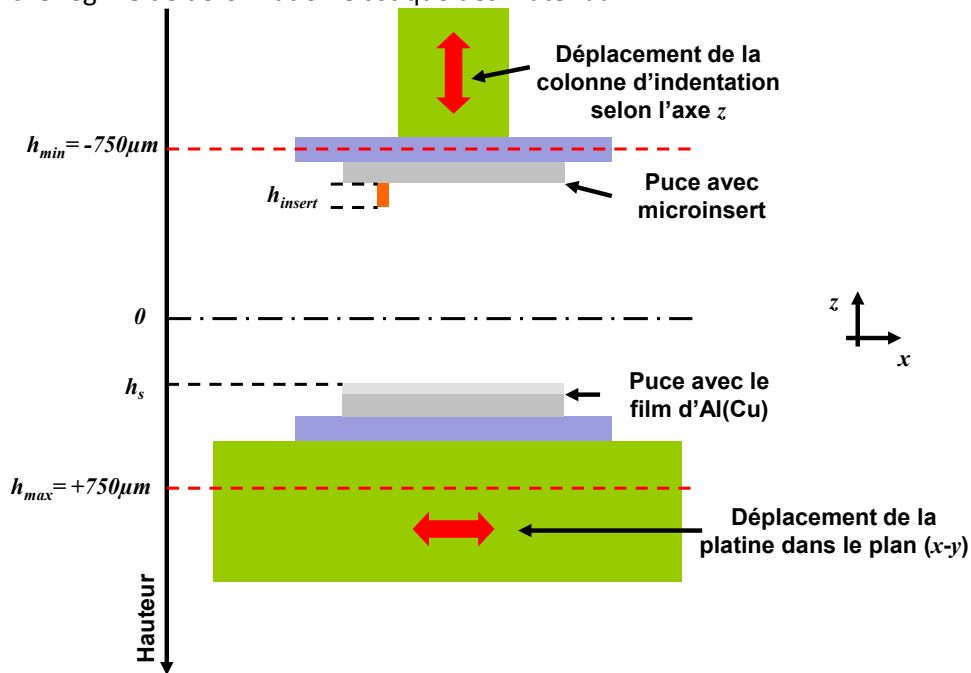


Figure III-26 – a) Porte-échantillon et plot avec l'échantillon collé et b) support de tête avec un échantillon collé prenant la place de l'indenteur dans le nanoindenteur.

### III.2.2.2. Protocole expérimental pour l'insertion purement mécanique

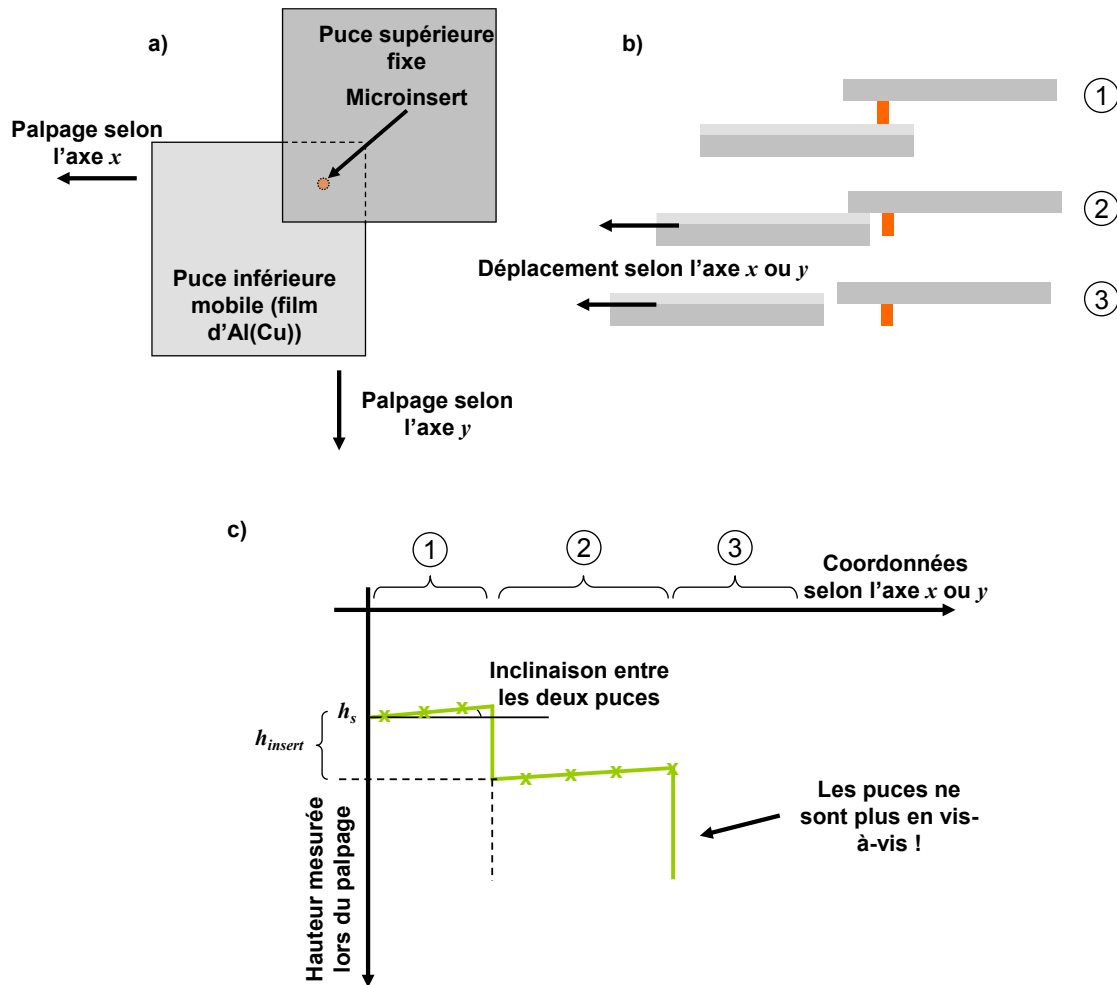
Une fois les échantillons collés sur les supports présentés dans la partie précédente et le dispositif monté sur le nanoindenteur, une première étape consiste à calibrer les raideurs des lames ressorts de la colonne d'indentation (cf. § III.1.1.1).

Une deuxième étape de palpé de la puce avec le film mince d'Al(Cu) par le microinsert, est nécessaire, afin de déterminer la différence de hauteur entre les deux puces (cf. Figure III-27). La surface est détectée, dès que la raideur de contact dépasse la valeur critique de 250N/m. Cette raideur critique est fixée de façon à limiter les erreurs dues aux perturbations à proximité de la surface (rugosité, forces d'attraction, etc.) et permet d'avoir une précision à moins de 25nm, tout en restant dans le régime de déformation élastique des matériaux.



**Figure III-27 – Représentation schématique des hauteurs du dispositif de microinsertion et des échantillons dans le nanoindenteur.**

Puis, une série de palpéges est réalisée selon les axes  $x$  et  $y$ , afin de localiser les coins respectifs des deux puces (cf. Figure III-28). Une courbe hauteur-position est obtenue à partir des essais de palpé. Dès qu'une différence de hauteur égale à la hauteur du microinsert est mesurée, la position du bord de la puce inférieure est déterminée. Enfin, lorsqu'aucune surface n'est détectée par la puce avec microinsert, cela signifie que les puces ne sont plus en vis-à-vis et que la position du bord de la puce supérieure est déterminée à son tour. Cette méthode permet d'optimiser la zone où réaliser l'essai de microinsertion. Il est donc possible de se placer à  $\pm 100 \mu\text{m}$  des bords de chaque puce, connaissant leur position.



**Figure III-28 – Méthode de palpation avant l'essai de microinsertion : a) Vue schématique au-dessus des puces, b) vue schématique en coupe des puces et c) courbe hauteur-position permettant de localiser les bords respectifs des deux puces.**

Par ailleurs, cette étape de palpation donne le désalignement entre les deux puces (cf. Figure III-28-c). Connaissant alors l'angle entre les deux puces, il est possible de le corriger à moins de  $2^\circ$ , à l'aide de la platine.

A partir de ces premières étapes, il est possible de réaliser un essai de microinsertion. Le protocole expérimental utilisé dans les essais mécaniques de microinsertion, est identique à celui proposé par Diop [DIOP 2009]. Il est représentatif du procédé de report de puce par microinsertion présenté dans le chapitre I (cf. Figure I-12). Lors de l'hybridation de la puce sur le substrat, l'étape de chargement se fait très rapidement (de l'ordre de quelques secondes au maximum) et vient ensuite un maintien à la force maximale et à une température de  $120^\circ\text{C}$  au minimum, durant au moins 100s. Ces différentes phases sont donc reprises dans le protocole expérimental des essais de microinsertion, mais à température ambiante, étant donné que les mesures de déplacement par nanoindentation sont instables à haute température.

La méthode pour piloter les essais de microinsertion a été développée sous le logiciel TestWorks<sup>TM</sup> de pilotage du nanoindenteur, et validée au cours des travaux de thèse de Diop. Cette méthode intègre le protocole expérimental donné Figure III-29, lequel représente l'évolution de la force en fonction du temps durant l'essai de microinsertion. Notons que pour un souci de clarté, l'échelle sur la Figure III-29 n'est pas respectée. Le protocole comprend 8 étapes :

- **Etape n°1 : Phases d'approche**

Durant cette phase, la détection de la surface de la puce d'Al(Cu) par le microinsert de Nickel se fait à une vitesse de 20nm/s, par variation de la raideur de contact  $S$  (i.e. de 0 à 250 N/m). La force à la détection de la surface est notée  $F_0$  et elle est choisie égale à zéro ;

- **Etape n°2 : Première charge**

La force augmente pendant 10s jusqu'à la force  $F_d$  (choisie afin de correspondre à une pression moyenne de 5,7MPa), à laquelle la dérive thermique est mesurée ;

- **Etape n°3 : Mesure de la dérive thermique**

Cette dérive provient des dilatations ou contractions de l'appareil en fonction de variations de température au cours du temps lors de la mesure des déplacements. Elle doit être soustraite du déplacement brut mesuré et pour cela la force est maintenue constante pendant un temps donnée  $t_d$  (600s) et la dérive correspondante  $V_d$  est déduite de la mesure du déplacement  $h_d$  selon la relation suivante :

$$V_d = h_d / t_d \quad \text{III-25}$$

De plus, la dérive thermique est supposée linéaire en fonction du temps et par conséquent, elle doit être déterminée au cours de la déformation purement élastique des matériaux. C'est la raison pour laquelle en indentation instrumentée classique, elle est calculée à 10% de la force maximale pendant la décharge. Dans le cas de l'essai d'insertion, un phénomène de fluage a été constaté à 10% de la force maximale à la décharge, ce qui contraint à mesurer cette dérive en début de charge ;

- **Etape n°4 : Deuxième charge**

La dérive thermique est suivie d'une augmentation rapide de la force pendant 1s jusqu'à la force maximale  $F_{\max}$  (choisie afin de correspondre à une pression moyenne de 3,2GPa) ;

- **Etape n°5 : Premier fluage**

La force est maintenue à sa valeur maximale pendant 600s dans le but d'étudier le comportement élastoviscoplastique du système Nickel-Aluminium ;

- **Etape n°6 : Première décharge**

Après cette phase de fluage, la force est réduite à la même vitesse que lors de la phase de charge et ce jusqu'à la force  $F_{\min}$  ;

- **Etape n°7 : Deuxième fluage**

La force est maintenue à  $F_{\min}$  pendant 600s pour étudier la restauration de déformation à faible charge. La valeur de  $F_{\min}$  est imposée à 10 fois  $F_d$  ;

- **Etape n°8 : Deuxième décharge**

La fin de l'essai est réalisée avec une décharge contrôlée en déplacement et à vitesse lente de 10nm/s.

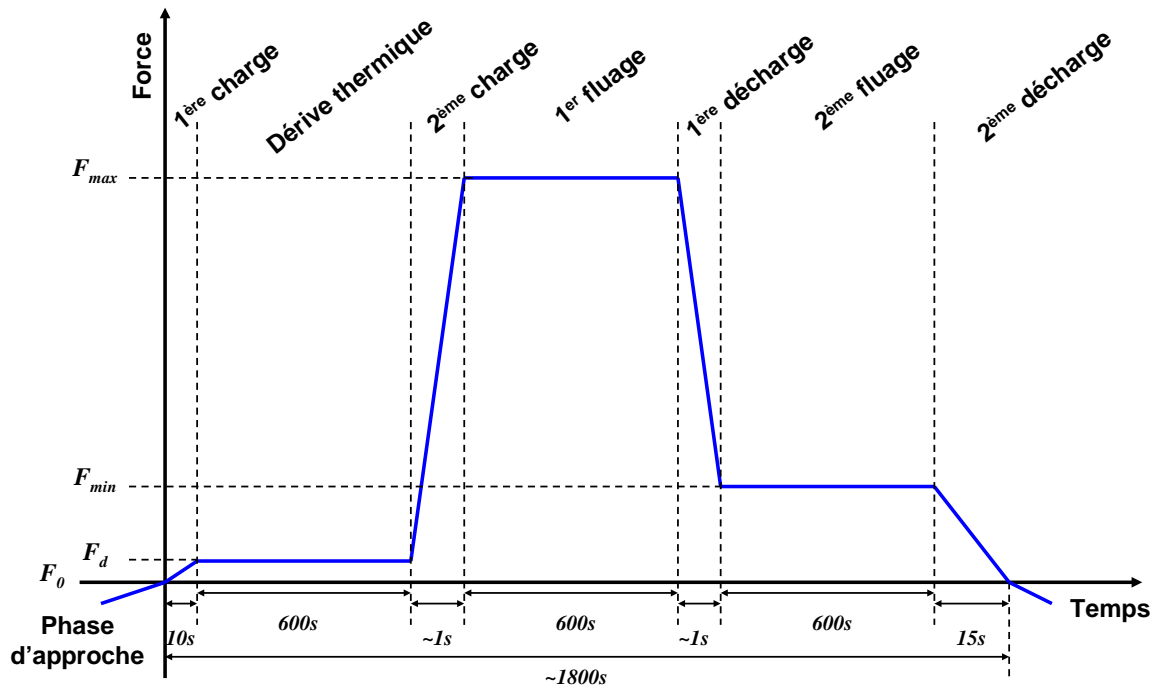


Figure III-29 – Protocole expérimental pour l'essai d'insertion [DIOP 2009].

Selon le protocole proposé par Diop, les courbes expérimentales brutes doivent être corrigées pour ne tenir compte que des déformations de la puce avec le microinsert de Nickel et de la puce d'Al(Cu). Pour cela, il propose de soustraire les déplacements supplémentaires dus à la déformation de l'instrument  $h_{inst}$  et de la dérive thermique  $h_d$  du déplacement total brut  $h_t$ , durant tout le temps  $t$  de l'essai de microinsertion. Le déplacement  $h_{inst}$  causé par les différents éléments de l'instrumentation (*i.e.* la colonne, le support pour échantillon, la platine inclinable et le bâti) est calculé à une force donnée  $F$  connaissant la raideur  $K_{inst}$  de l'instrument. Donc l'enfoncement réel  $h_r$  de la pointe dans le substrat étudié lors de l'indentation est égal à :

$$h_r(t) = h_t - h_{inst} - h_d = h_t - \frac{F}{K_{inst}} - V_d t \quad \text{III-26}$$

Les raideurs traditionnelles pour notre instrumentation lors des essais de nanoindentation sont mesurées aux alentours de  $8.10^6 \text{N/m}$ . La raideur du dispositif de microinsertion est mesurée quant à elle aux alentours de  $10^6 \text{N/m}$  [DIOP 2009]. C'est cette valeur de raideur qui sera utilisée pour corriger les déplacements mesurés lors des essais de microinsertion. Notons que, la fréquence d'acquisition des variables mécaniques expérimentales (*i.e.* force, déplacement) est de 10Hz.

Enfin, une mesure électrique peut être ajoutée en parallèle de l'essai mécanique de microinsertion, permettant de caractériser la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée. Le dispositif expérimental et le protocole utilisés pour ce type d'essai sont présentés dans la partie suivante.

### III.2.3 Insertion d'un plot dans un film mince avec mesure électrique

Il existe de nombreuses façons de coupler une mesure électrique à une mesure mécanique dans un nanoindenteur. Certains auteurs utilisent des pointes conductrices [PETHICA 1979], [SOSHNIKOV 2007], [RUFFEL 2007] et [STAUFFER 2012], d'autres utilisent l'indenteur comme un actionneur sur des microsystèmes [BROUE 2010] et [GILBERT 2008], et enfin d'autres proposent de réaliser des contacts en remplaçant l'indenteur par une puce métallique [DIOP 2009] et [DUVIVIER

[2011](#). Dans notre cas, le dispositif expérimental élaboré par Diop est réutilisé afin de réaliser des essais d'insertion, tout en mesurant l'évolution de la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée [\[MERCIER 2012 2\]](#). Dans un premier temps, la mesure électrique et le dispositif expérimental sont présentés, pour en venir dans un second temps à la description du protocole utilisé.

### III.2.3.1. La mesure électrique

La mesure électrique dans notre étude consiste à mesurer l'évolution de la résistance électrique  $R_{EC}$  de contact entre un microinsert de Nickel et un film mince d'Al(Cu) en fonction de la force appliquée. Les valeurs de résistances électriques peuvent évoluer du mégohm (*e.g.* effet tunnel) au milliohm (*e.g.* contact ohmique) (cf. chapitre II). La conception du dispositif et de la chaîne de mesure, ainsi que le protocole expérimental doivent également prendre en compte certains facteurs susceptibles de perturber les mesures électriques.

Dans le cas des faibles résistances électriques, plusieurs sources d'erreur peuvent affecter la précision des mesures expérimentales. La première erreur à éviter est de mesurer la résistance électrique des fils de connexion, notée  $R_{fil}$  (cf. Figure III-30-a).

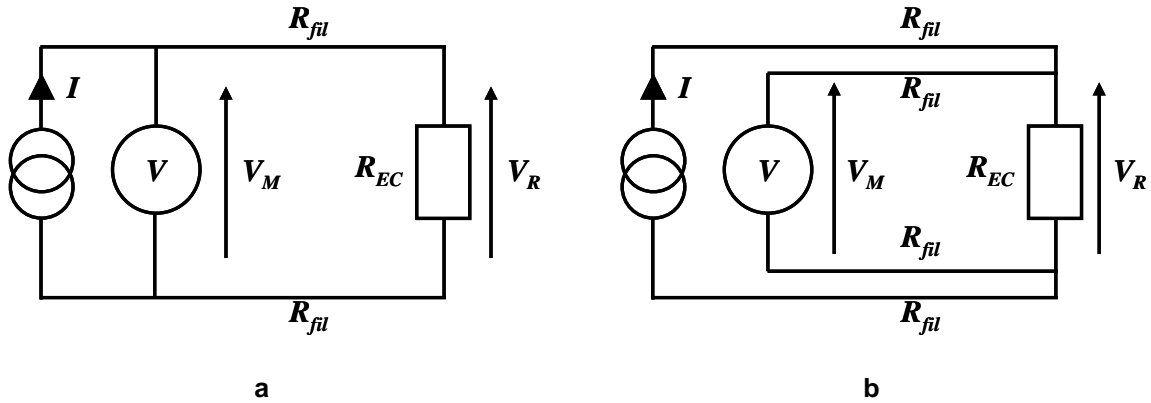


Figure III-30 – Schématisation électrique d'une mesure a) en méthode « 2 fils » et b) en méthode « 4 fils » [\[KEITHLEY 2004\]](#).

Ainsi, dans le cas de la méthode « 2 fils », la résistance totale électrique mesurée est équivalente à :

$$\frac{V_M}{I} = R_{EC} + 2R_{fil} \quad \text{III-27}$$

Pour s'affranchir de cette résistance de fil, la mesure est réalisée en configuration « 4 fils » (cf. Figure III-30-b) [\[KEITHLEY 2004\]](#). La méthode de mesure consiste à différencier les circuits d'injection du courant  $I$  et de mesure de la tension  $V_M$ . Le courant passant par le voltmètre est supposé négligeable, ce qui permet de mesurer uniquement la chute de tension aux bornes du contact  $V_R$ . La résistance totale électrique mesurée est alors équivalente à :

$$\frac{V_M}{I} = \frac{V_R}{I} = R_{EC} \quad \text{III-28}$$

La seconde erreur provient des tensions thermoélectriques générées lorsque les différentes parties d'un montage électrique ne sont pas à la même température, et quand les contacts sont constitués de différents matériaux (*i.e.* effet Seebeck) [\[KEITHLEY 2004\]](#). Les solutions évidentes pour minimiser les tensions thermoélectriques consistent d'une part à mettre tout le circuit à la même

température en laissant chauffer les appareils jusqu'à atteindre un équilibre thermique à température ambiante. D'autre part, il faut utiliser les mêmes matériaux partout dans le circuit. Dans la pratique, ces deux solutions sont difficilement réalisables. Toutefois, une autre solution avec la méthode de l'inversion de courant permet de réduire ces effets. Elle nécessite l'emploi de deux courants de même valeur absolue  $I$ , mais de polarités opposées. Avec un courant positif, la tension totale mesurée  $V_M^+$  aux bornes du contact de résistance  $R$  est définie par :

$$V_M^+ = V_E + IR \quad \text{III-29}$$

où  $V_E$  représente la valeur de la tension thermoélectrique. L'inversion de la polarité du courant permet de mesurer une deuxième tension  $V_M^-$ , qui s'exprime selon :

$$V_M^- = V_E - IR \quad \text{III-30}$$

En combinant les équations III-29 et III-30, la tension thermoélectrique peut être éliminée et la tension réelle  $V_M$  aux bornes du contact s'exprime finalement par la relation suivante :

$$V_M = \frac{V_M^+ + V_M^-}{2} = \frac{(V_E + IR) - (V_E - IR)}{2} = IR \quad \text{III-31}$$

La validité de cette méthode est liée à l'hypothèse de la constance de la tension thermoélectrique durant la mesure. Or, sa valeur évolue avec la température de quelques  $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$  à  $100\mu\text{V}/^\circ\text{C}$ , et avec le temps. Il est alors essentiel de réaliser les mesures le plus rapidement possible.

Prenant en considération ces sources d'erreurs, les méthodes « 4 fils » et d'inversion de courant sont utilisées dans les essais de microinsertion avec mesure électrique.

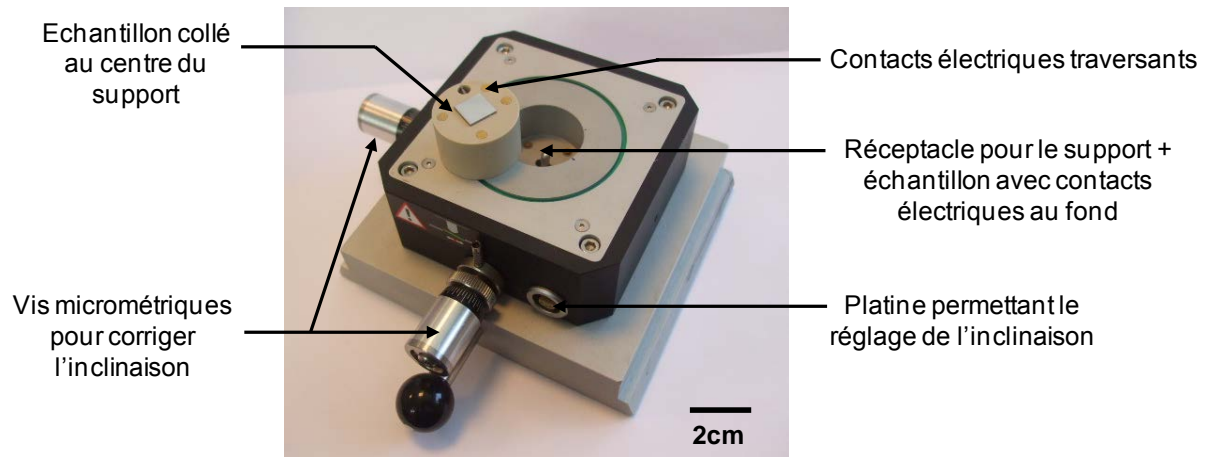
### III.2.3.2. Dispositif expérimental et chaîne de mesure électrique

Pour réaliser des mesures électriques *in situ*, il est nécessaire de connecter électriquement les puces. Pour cela, la puce inférieure avec le film d'Al(Cu) est collée sur un porte-échantillon muni de cinq contacts électriques traversants. La puce est alors raccordée électriquement par câblage filaire<sup>o</sup> (fils d'Or de  $25\mu\text{m}$  de diamètre) aux contacts du porte-échantillon. La platine inclinable comporte un réceptacle au fond duquel sont également disposés cinq contacts (cf. Figure III-31). Les cinq contacts du porte-échantillon sont alignés avec ceux du réceptacle lors de la mise en place. La connexion électrique entre les appareils de mesure et les contacts du réceptacle s'effectue à l'aide d'un boîtier de connecteurs BNC<sup>p</sup> relié à un câble pouvant être branché à la platine (cf. Figure III-32).

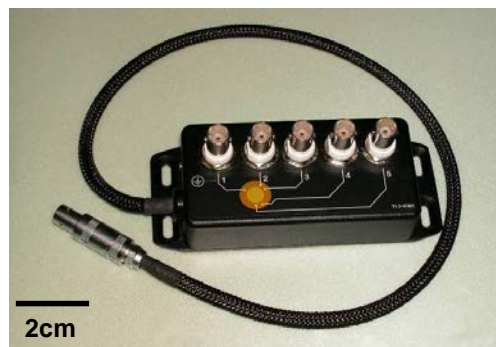
Pour la puce avec microinsert, un module constitué de deux sous-ensembles s'adaptant à la colonne d'indentation a dû être fabriqué. Le premier sous-ensemble, appelé « trèfle », destiné à accueillir les puces avec microinsert est quasi-identique à celui utilisé pour les essais mécaniques, à la différence que les quatre pastilles en Cuivre plaquées Or sont reliées à quatre boucles en bronze (cf. Figure III-33-a). La puce avec microinsert est elle aussi raccordée électriquement par câblage filaire (*i.e.* fils d'Or de  $25\mu\text{m}$  de diamètre) aux pastilles du trèfle (cf. Figure III-34).

<sup>o</sup> Connexion filaire réalisée à l'aide d'une technique de soudure par ultrasons (« wedge wire bonding » en anglais).

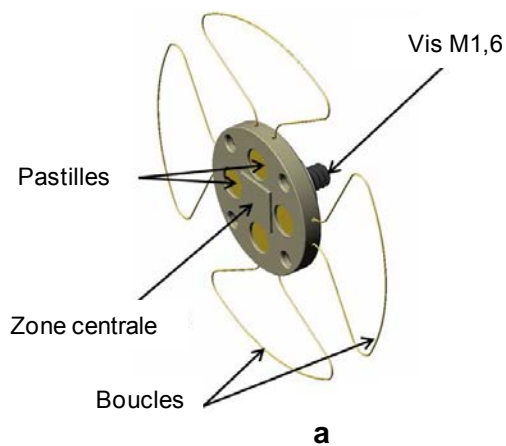
<sup>p</sup> Le connecteur BNC (pour Bayon et Neill-Concelman) est un modèle de connecteur utilisé en terminaison de câble coaxial.



**Figure III-31 – Platine inclinable et plot avec l'échantillon collé dans le cas d'une microinsertion avec mesure électrique.**

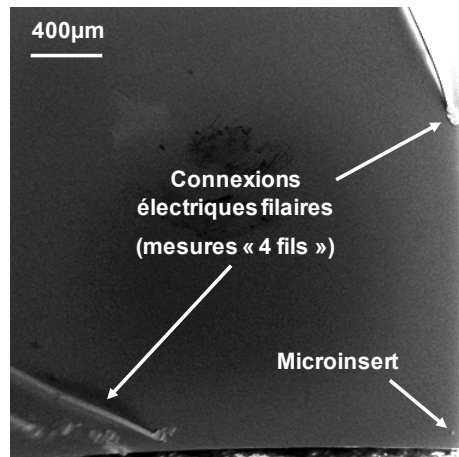


**Figure III-32 – Boîtier d'interconnexions.**



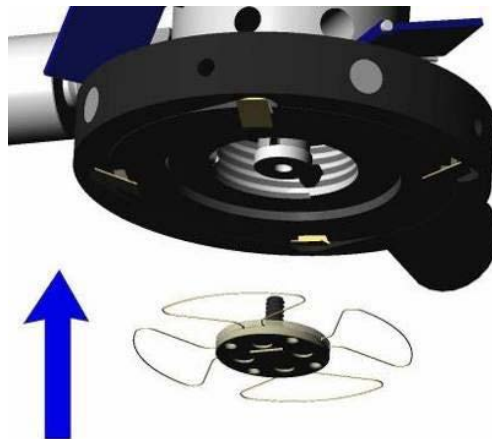
**Figure III-33 – a) Le support de tête ou « trèfle » et b) le connecteur annulaire.**





**Figure III-34 – Observation MEB d’une puce avec microinsert et connexions filaires en Or.**

Le deuxième sous-ensemble est un connecteur annulaire s’installant autour de la partie inférieure de la colonne d’indentation. Ce connecteur est composé de quatre lames de contact qui se referment sur les boucles du support de tête par rotation de la bague extérieure (cf. Figure III-33-b). Enfin, les lames du connecteur annulaire, reliées à un boîtier de connecteurs BNC (cf. Figure III-32), peuvent être raccordées électriquement à des appareils de mesure. Le montage des deux sous-ensembles sur la colonne d’indentation est donné Figure III-35.



**Figure III-35 – Mise en place de la partie supérieure du module sur la colonne d’indentation.**

Chaque puce est connectée à l’aide d’un câblage filaire via des fils de 25 µm de diamètre. Or, la hauteur du microinsert est d’environ 10 µm. Il est donc possible que les dits fils soient les premiers à entrer en contact avec les surfaces respectives de chaque puce, ce qui peut nuire ou empêcher tout contact entre le microinsert et le film mince d’Al(Cu). Les fils sont donc soudés relativement loin et dirigés à l’opposé de la zone de contact (cf. Figure III-36). Selon la méthode « 4 fils », 2 fils sont soudés par puce, avec respectivement 2 fils pour l’injection du courant et 2 fils pour la lecture de la tension aux bornes du contact (cf. Figure III-36-b).

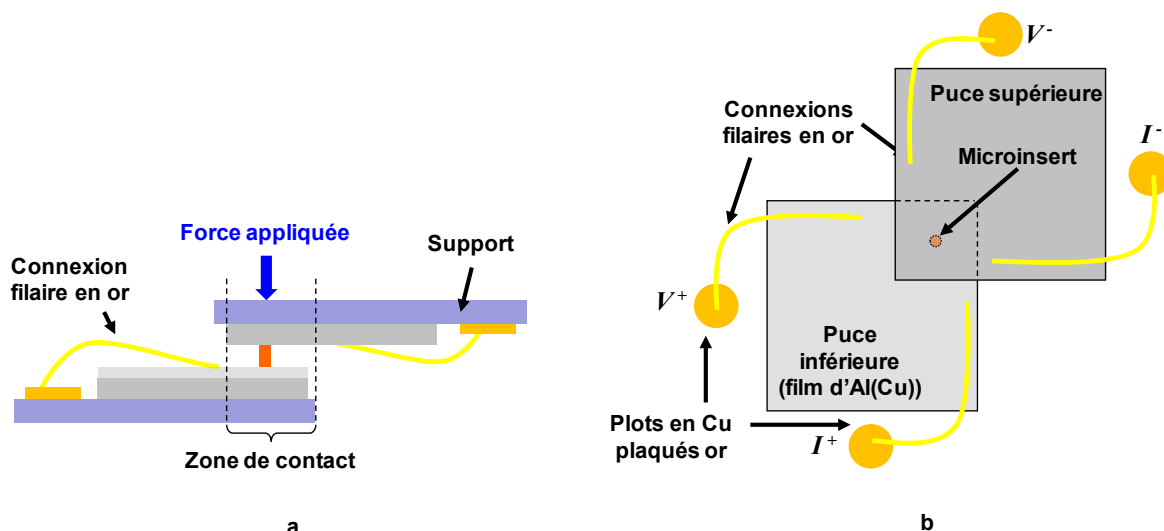


Figure III-36 – a) Vue en coupe et b) vue du dessus schématisées de l'essai de microinsertion avec les fils en Or permettant la mesure électrique, en méthode « 4 fils ».

Une fois les puces collées sur les porte-échantillons et reliées électriquement avec les connexions filaires, et le dispositif complet installé dans le nanoindenteur, il faut intégrer à la chaîne de mesure un outil capable d'injecter du courant et de mesurer la tension aux bornes du contact. Pour cela, un instrument appelé sourcemètre/voltmètre ou SMU<sup>q</sup> (Keithley 2602A) est connecté au dispositif à l'aide des câbles coaxiaux, eux même connectés aux boîtiers d'interconnexions. Cet appareil de précision capable de générer et de mesurer simultanément courant et tension, est piloté par l'intermédiaire d'un câble GPIB, à l'aide d'un ordinateur via le logiciel LabVIEW<sup>TM</sup>. Un programme sous LabVIEW<sup>TM</sup> a donc été développé durant cette thèse, afin d'envoyer les consignes au SMU et de récupérer les données expérimentales (courant et tension en fonction du temps).

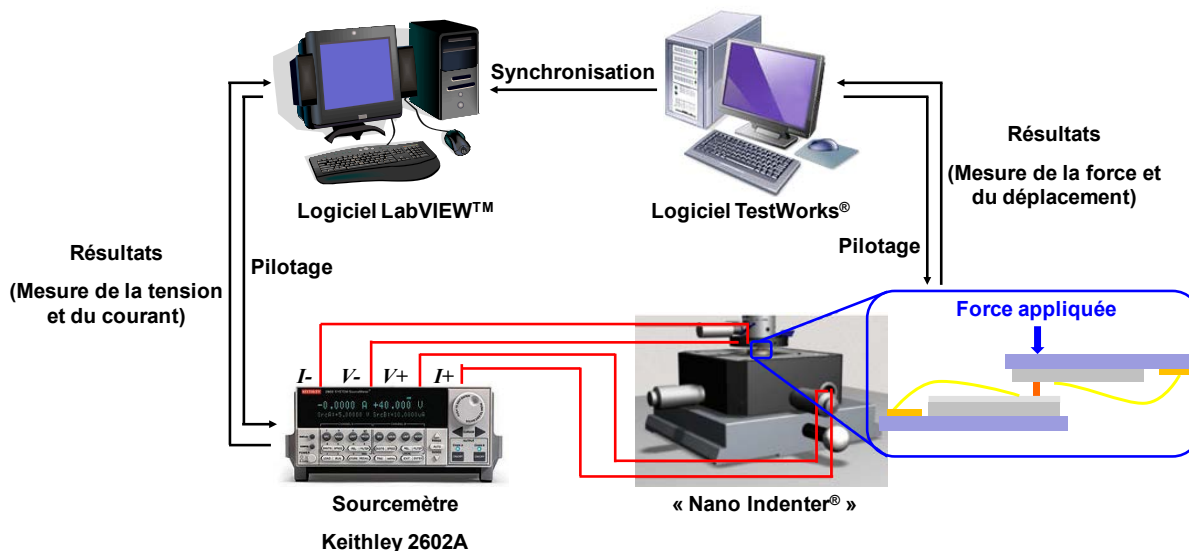


Figure III-37 – Représentation schématique de la chaîne de mesure pour les essais de microinsertion avec mesure électrique réalisés au sein du nanoindenteur.

Parallèlement, la méthode pour piloter les essais de microinsertion avec mesures électriques a été développée sous le logiciel TestWorks<sup>TM</sup>, de la même manière que pour l'essai purement mécanique. Ainsi, le dispositif pour l'essai de microinsertion et l'instrument SMU sont pilotés indépendamment avec deux ordinateurs distincts. Il nous faut donc synchroniser les acquisitions de

<sup>q</sup> SMU : Acronyme anglais pour Source Measurement Unit

données expérimentales. Pour cela, un signal digital (0-5V) est envoyé depuis le port RS232 de l'ordinateur pilotant le nanoindenteur, à celui pilotant l'instrument SMU. La chaîne complète de mesure électrique pour les essais de microinsertion est donnée Figure III-37.

Après avoir décrit le montage expérimental pour effectuer des mesures électriques au sein du nanoindenteur lors d'essais de microinsertion, le protocole de mesure est détaillé dans la prochaine partie.

### III.2.3.3. Protocole pour les essais avec couplage électrique

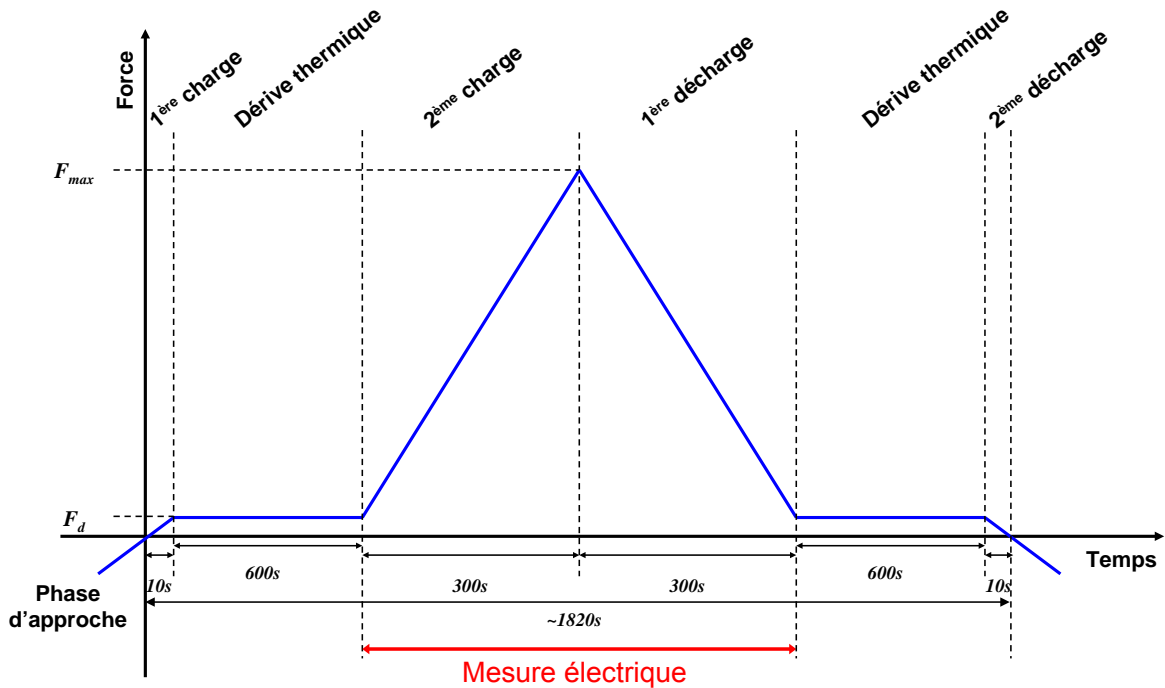
Le protocole expérimental utilisé pour les essais de microinsertion avec couplage électrique a été validé par Diop au cours de sa thèse. Ce protocole intègre les consignes en termes d'évolution de la force en fonction du temps pour l'essai de microinsertion et les consignes pour effectuer la mesure électrique.

Contrairement à l'essai purement mécanique, l'étape de fluage à charge maximale est supprimée et les étapes de charges-décharges durent maintenant 300s au lieu de 1s. Ces différences sont censées nous permettre d'observer les différents mécanismes (fissuration de l'oxyde natif, extrusion du métal...) supposés contrôler l'établissement du contact électrique (cf. chapitre II). Le protocole expérimental est donné Figure III-38, avec toujours une échelle non respectée par souci de clarté. La mesure électrique est déclenchée avant la mise en contact et s'arrête après le retrait du microinsert (forces négatives), pour avoir l'évolution complète de la résistance électrique de contact.

Les risques lors de la mesure électrique sont le claquage de l'oxyde natif (cf. § II.3.6.3) et la fusion des matériaux de contact (cf. § II.4), phénomènes pouvant altérer la nature du contact électrique et ainsi rendre difficile l'interprétation des résultats. Aussi les protocoles de mesures ont-ils été définis pour éviter qu'ils ne se produisent. Le plus simple dans notre cas consiste à piloter la mesure en imposant une tension constante et une limite en courant (« compliance current » en anglais). Dans le chapitre II (cf. § II.3.6.3), un champ de claquage de l'oxyde natif d'Aluminium a été évalué à 100MV/m pour une épaisseur de 4nm [GLOOS 2003]. Dans notre cas, une tension de 1mV est appliquée, ce qui engendre un champ électrique de 0,025MV/m dans l'oxyde natif, alors bien inférieur au champ de claquage. Par ailleurs, cette faible tension autorisée aux bornes du contact électrique écarte définitivement le risque d'élever la température du contact au-delà des températures de fusion de l'Aluminium (soit 660°C) et du Nickel (soit 1455°C), atteintes respectivement pour des tensions d'environ 270-300mV et 600-650mV (cf. § II.4.2).

La valeur limite du courant de 1mA retenue par M. Diop dans sa thèse [DIOP 2009], pour un diamètre de microinsert de 6µm, conduit à mesurer des valeurs de résistance électrique de quelques ohms pour une pression maximale de 3,2GPa lors d'essais d'insertion. Dans notre cas, le diamètre des microinserts est d'environ 12µm. Afin de pouvoir mesurer des valeurs de résistance électrique inférieures à l'ohm pour une pression maximale de 3,2GPa, une limite en courant de 500mA est imposée. La valeur minimale de résistance mesurée est dans ce cas de l'ordre de 2mΩ. Enfin, la fréquence d'acquisition des variables électriques (courant et tension) et mécaniques (force et déplacement) expérimentales est de 10Hz.

Ce protocole expérimental sera utilisé dans le chapitre V, où seront présentés, puis analysés les résultats de la mesure de résistance électrique de contact lors d'essai de microinsertion. La section suivante du document est destinée à présenter les résultats obtenus lors d'essais de microinsertion par Diop.



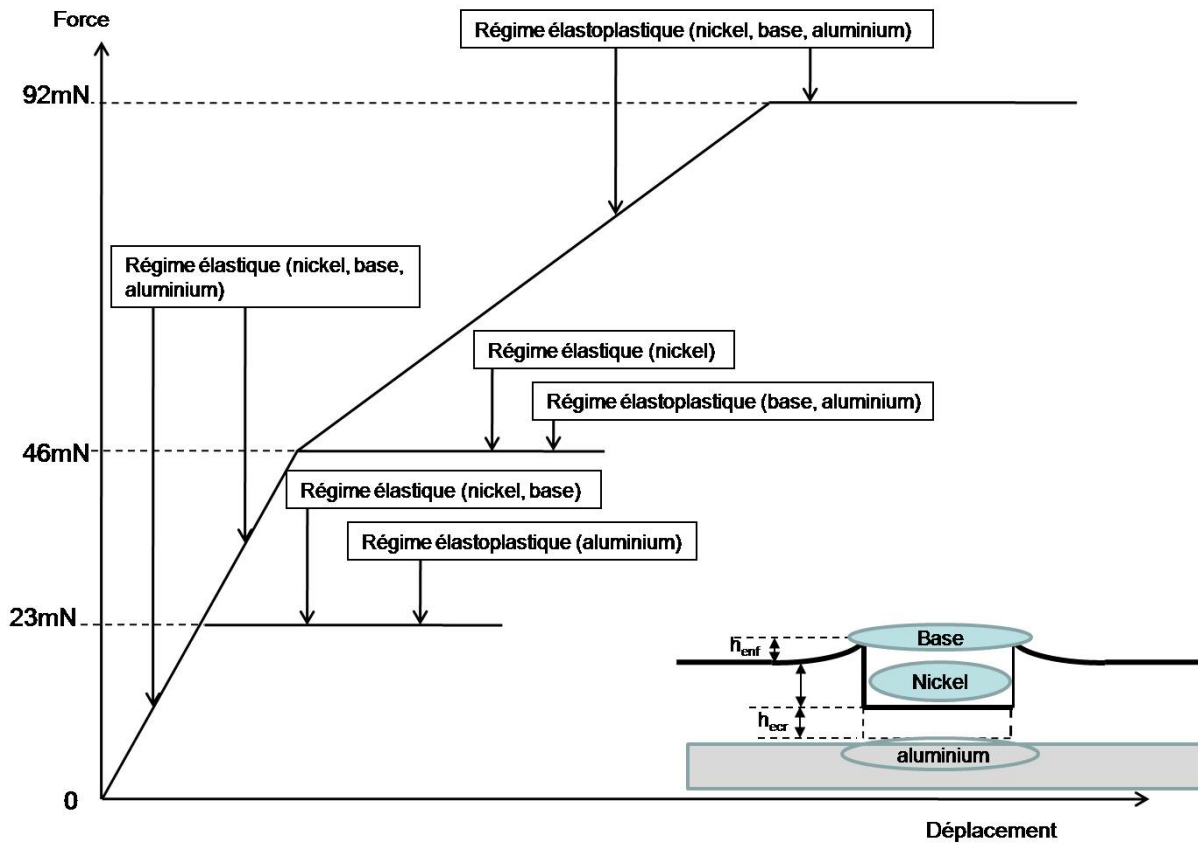
#### III.2.4 Résultats déjà obtenus et objectifs

Diop étudie l'influence de la force maximale, du diamètre du microinsert, et du temps de fluage, sur la déformation du microinsert de Ni, du film d'Al(Cu) et de la base métallique sous le microinsert. Il effectue par ailleurs des essais de microinsertion couplés à des mesures de résistance électrique, avec des plots de diamètres 6 et 12,5µm.

##### III.2.4.1. Influence de la force maximale

A partir d'essais mécaniques de microinsertion réalisés avec des microinserts hauts d'environ 5µm avec un diamètre de 6µm, à 3 forces différentes (23, 46 et 92mN), Diop propose un scénario de déformation des matériaux mis en jeu dans le contact (cf. Figure III-39). Pour cela, l'observation des microinserts avant et après compression, puis la mesure de l'empreinte résiduelle dans le film d'Aluminium lui sont nécessaires. Les forces de 23, 46 et 92mN correspondent à des pressions respectives de 0,8, 1,6 et 3,2GPa.

Selon Diop, pour une pression de 0,8GPa, le microinsert et sa base se déforment élastiquement, seul le film d'Aluminium est en déformation élastoplastique pendant le fluage. L'Aluminium à la base du microinsert ne subit à priori pas de déformation plastique. Ceci est certainement dû à la présence du film de Cuivre à la base du microinsert qui répartit les contraintes dans l'Aluminium sous-jacent. A la force de microinsertion de 46mN, la base du microinsert et le film d'Aluminium sont en régime de déformation élastoplastique, tandis que le microinsert se déforme élastiquement. Le fluage à 92mN accentue l'écrasement du microinsert alors que l'enfoncement du microinsert dans sa base ainsi que la pénétration du microinsert dans l'Aluminium varient peu du fait de la présence des substrats.



Par ailleurs, à l'aide d'une solution approchée du modèle de [JORDAN 1999] développée par [DIOP 2009], il est possible de remonter à la distribution de pression à l'interface de contact plot cylindrique/plan (cf. § II.2.1.2). Ainsi, Diop a proposé une explication pour l'écoulement de matière sous le microinsert, observé à l'aide d'empreintes résiduelles dans le film d'Aluminium réalisées par AFM (cf. Figure III-40).

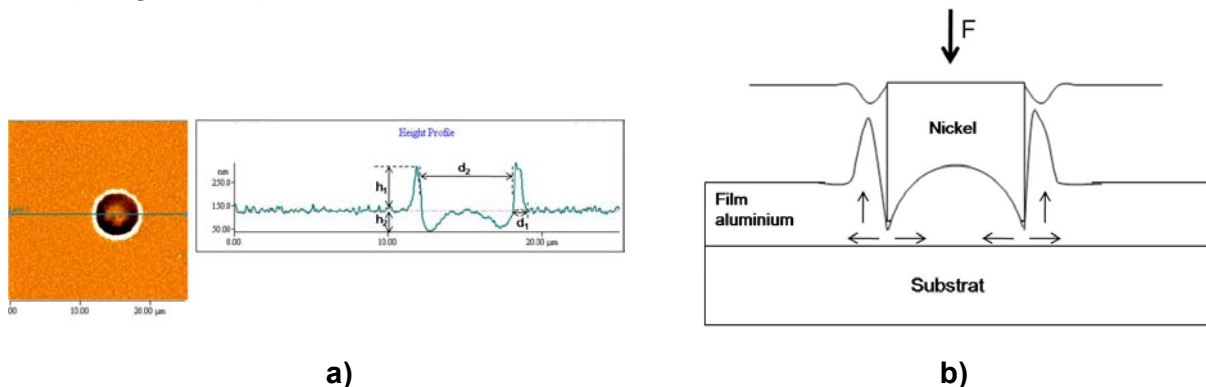


Figure III-40 – a) Empreinte résiduelle sur le film d'Aluminium et son profil à la force maximale de 46mN,  $\varnothing=6\mu\text{m}$  et b) représentation schématique de l'écoulement de matière dans le film d'Aluminium lors de la microinsertion [DIOP 2009].

Diop étudie par ailleurs l'influence du diamètre du microinsert, sur la profondeur maximale d'empreinte résiduelle, l'écrasement du microinsert et l'enfoncement de ce dernier dans sa base. Selon Diop, l'utilisation des microinserts de diamètre  $8,5\mu\text{m}$  est la plus appropriée pour réaliser un contact mécanique de bonne qualité. Pour le diamètre  $6\mu\text{m}$ , une tendance à la pénétration du

microinsert dans sa base est observée tandis que pour le diamètre 12,5 $\mu\text{m}$ , c'est l'écrasement qui est prédominant.

Enfin, à partir du modèle de Maxwell/Kelvin-Voigt (cf. § II.1.2.4), Diop a extrait des paramètres de fluage qui peuvent être utilisés dans le procédé de microinsertion. Toutefois, selon lui, d'autres modèles existent dans la littérature et doivent être explorés afin de les comparer à celui de Maxwell/Kelvin-Voigt.

### III.2.4.2. Premières mesures électriques

Les résultats préliminaires de mesure de la résistance électrique lors d'essais de microinsertion effectués durant les travaux de thèse de Diop, donnent des valeurs de résistance électrique de contact de 5 $\Omega$  pour un diamètre de microinsert de 12,5 $\mu\text{m}$  et des valeurs de 20 $\Omega$  pour un diamètre de microinsert de 6 $\mu\text{m}$  sous une pression maximale appliquée de 3,2GPa (cf. Figure III-41). La résistance électrique de contact mesurée pourrait être due au passage du courant uniquement en certains endroits du contact, du fait de la présence continue de l'oxyde natif isolant à l'interface de contact. Diop propose de mettre le nanoindenteur sous atmosphère contrôlée, afin d'éviter la formation continue d'oxyde isolant lors de la microinsertion.

En reprenant les travaux de [\[NORBERG 2006\]](#), permettant de remonter à la résistance de contact entre un cylindre et un film mince (cf. § II.3.5), Diop estime la résistance électrique totale à environ 152m $\Omega$  dans le cas du microinsert de rayon 6 $\mu\text{m}$ , soit 130 fois moins que les mesures expérimentales. Cette grande différence s'explique selon Diop par le fait que le modèle de Norberg *et al.* supposent l'interface de contact parfaite, or l'Aluminium et le Nickel sont des matériaux recouverts d'oxyde natif à l'air libre. Une autre source d'erreurs selon lui, provient du fait que le modèle de Norberg *et al.* n'est pas adapté à la géométrie de mesure « 4 fils ».

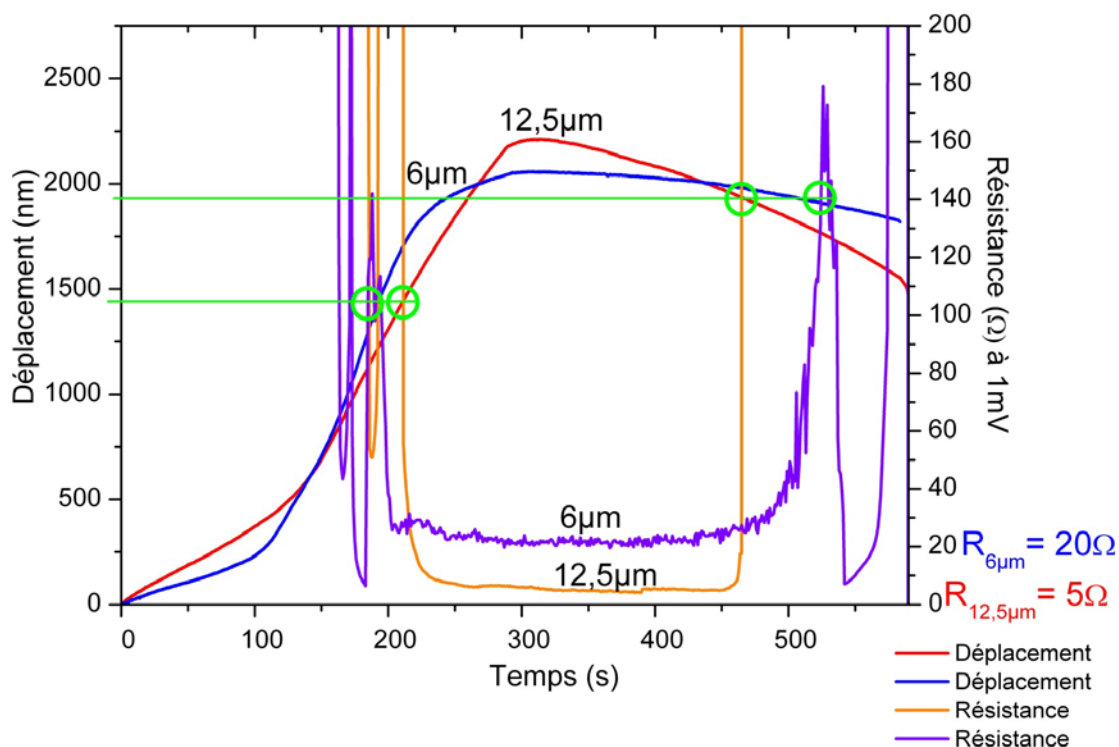


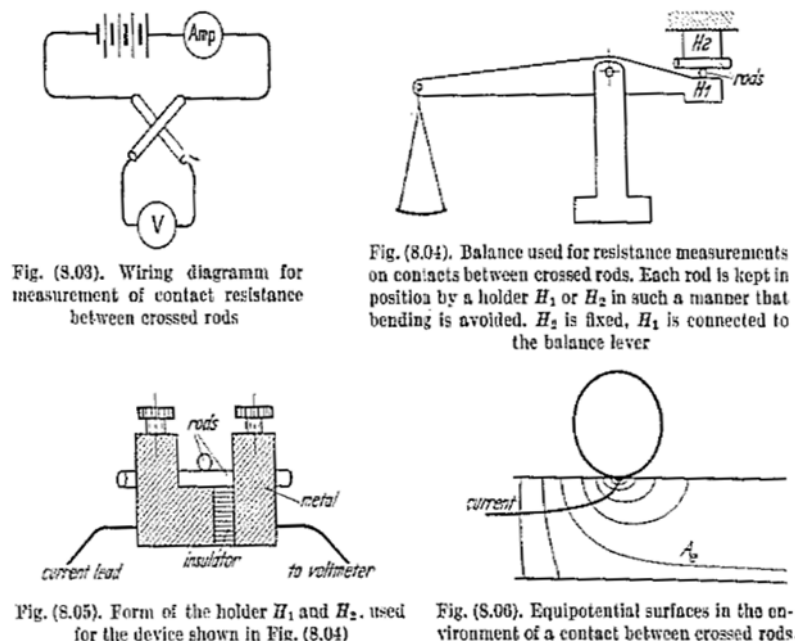
Figure III-41 – Evolution des résistances de contact et du déplacement mesurés par [\[DIOP 2009\]](#) en fonction du temps pour différents diamètres de microinserts.

### III.2.5 Objectifs de ce travail de thèse

L'objectif de ce travail de thèse est de compléter la série de premiers résultats déjà obtenus par Diop, tout en utilisant ses premières conclusions. Ainsi, lors d'essais de microinsertion purement mécaniques, l'influence de la taille de grain du film d'Al(Cu) sera étudiée. Puis des essais de microinsertion à l'aide d'un poinçon plat rigide dans un film mince d'Al(Cu) seront comparés à des simulations par la MEF. Enfin, une nouvelle tentative de mesure électrique couplée à un essai de microinsertion sera effectuée, afin de confirmer ou infirmer le résultat expérimental obtenu par Diop. Cette seconde partie a permis de présenter l'essai de microinsertion. Les échantillons utilisés pour ce type d'essai et leur préparation ont été décrits, ainsi que les dispositifs expérimentaux et les protocoles associés, pour les cas avec et sans mesure électrique. Enfin, un bilan rapide des résultats déjà obtenus par Diop a été dressé, ce qui permet de justifier les objectifs de résultats fixés pour cette thèse. La prochaine partie est dédiée à la présentation de l'essai de compression de barreaux croisés.

### III.3. L'essai de compression de barreaux croisés

L'essai de microinsertion présenté dans la précédente partie permet de caractériser le contact mécanique et électrique entre le microinsert de Nickel et le film mince d'Al(Cu). Or, ce type de contact est relativement difficile à mettre en œuvre et difficile à interpréter du fait de la présence de la singularité, de l'empilement de matériaux et des effets de surface (oxyde, rugosité...). Pour étudier l'établissement du contact électrique sans singularité de contact en fonction de la force appliquée, Holm propose l'essai de compression de barreaux croisés (cf. Figure III-42) [HOLM 1999].



**Figure III-42 – Exemples de dispositifs expérimentaux pour mesurer la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée [HOLM 1999].**

Cet essai présente l'avantage d'être facilement reproductible et assimilable à un contact hertzien. De plus, de nombreux auteurs se sont déjà intéressés à ce type de contact. Par exemple, [SLADE 1999] pour le contact Al-Al ou encore [DUVIVIER 2011] pour des contacts de type Au-Au, Au-Rh, Au-Ru et Au-AuNi<sub>0,05</sub>. Citons également les travaux de [LE 2004] et [LE 2005], qui réalisent des mesures de la résistance électrique de contact, lors de la compression d'un rouleau en acier sur des plaques d'Aluminium AA1200, avec la mise en évidence du phénomène d'extrusion de l'Aluminium



au travers de fissures dans l'oxyde de surface. Dans notre cas, l'objectif est d'analyser le rôle joué par l'oxyde natif d'Aluminium dans la formation du contact électrique. Ainsi, cette partie est consacrée à l'essai de compression de barreaux croisés pour l'étude du contact métal-oxyde-métal avec des films minces [MERCIER 2012 1]. Dans un premier temps, les échantillons utilisés sont présentés, puis dans un second temps, le dispositif expérimental et le protocole associé pour la mesure de la résistance électrique de contact sont décrits.

### III.3.1 Présentation des échantillons

Les échantillons utilisés avec le dispositif de compression, sont des lentilles optiques plan-convexes en Silice (BK7), de rayons de courbure  $R$  variables (*i.e.* 3,29 et 6,57mm). Les dimensions (largeur et longueur) des lentilles varient en fonction de ce rayon de courbure. Un très bon état de surface et un coût raisonnable justifie l'utilisation de ces lentilles optiques comme substrat. Les propriétés du BK7 (verre borosilicate) sont répertoriées dans le Tableau III-6. L'objectif de ces essais consistant à comprendre le rôle joué par l'oxyde natif d'Aluminium, nous avons décidé de réduire l'étude au contact Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al. Cela permet de simplifier le problème du contact réalisé par microinsertion. Ainsi, les lentilles sur lesquelles est déposée au préalable une couche d'accroche de Titane d'environ 10nm d'épaisseur, sont recouvertes d'un film mince d'Aluminium déposé par pulvérisation cathodique, d'environ 1µm d'épaisseur (cf. Figure III-43). L'oxyde natif d'Aluminium se forme rapidement à l'air libre (à pression et température ambiantes), dès la sortie des lentilles du bâti de dépôt. Une description détaillée des échantillons est donnée chapitre V, avec les résultats de caractérisations électriques en fonction de la force appliquée.

Rayon $R$ des lentilles	Largeur $L$ des lentilles	Longueur $l$ des lentilles
3,29mm	6,54mm	12,7mm
6,57mm	12,7mm	25,4mm

**Tableau III-5 – Dimensions des lentilles utilisées.**

Module d'Young [CHUDOKA 2000]	82,1GPa
Coefficient de Poisson [CHUDOKA 2000]	0,21
Dureté [CHUDOKA 2002]	(7,5 ± 0,1)GPa
Contrainte critique de Von Mises [CHUDOKA 2002]	(6,0 ± 0,1)GPa
Résistivité électrique (à 20°C) ( <a href="http://www.glassdynamicsllc.com">http://www.glassdynamicsllc.com</a> )	≈10 <sup>24</sup> µΩ.cm

**Tableau III-6 – Propriétés de la Silice BK7.**

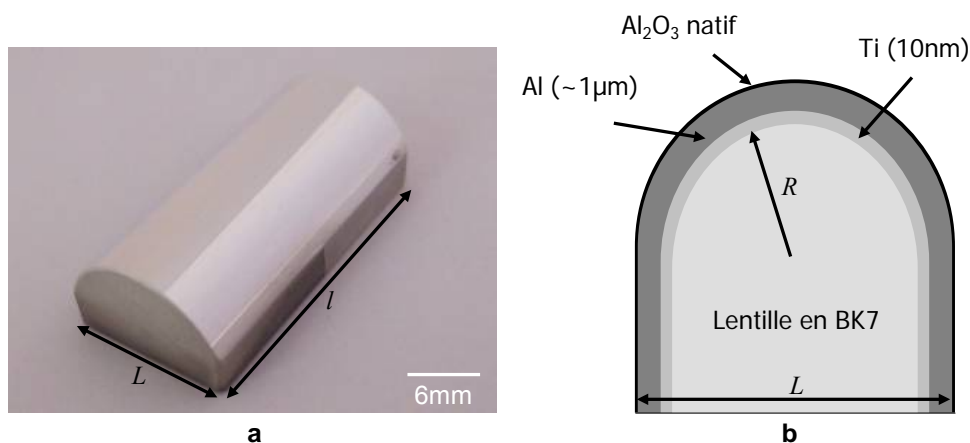
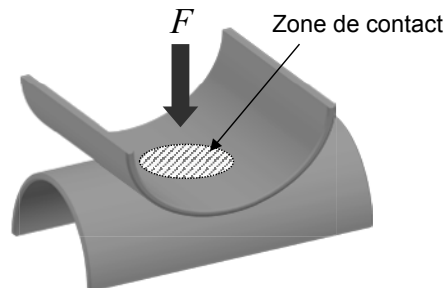


Figure III-43 – a) Photographie d'une lentille de rayon 6,57mm, utilisée dans les essais de compression et b) vue schématique en coupe d'une lentille recouverte d'un dépôt d'Aluminium.



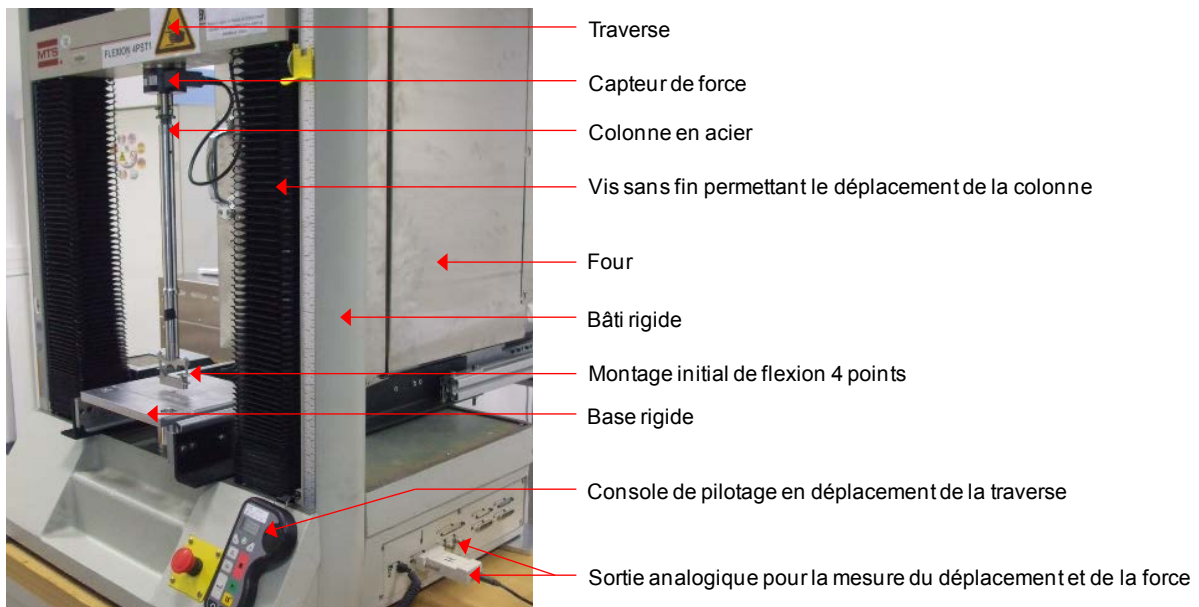
### III.3.2 Dispositif expérimental

Contrairement à l'essai de compression décrit par Holm, où les barreaux croisés sont constitués d'un matériau massif conducteur, nos expériences sont réalisées avec des lentilles isolantes, recouvertes d'un film mince métallique conducteur. Le principe de nos essais consiste à mettre en compression les deux lentilles et de caractériser électriquement le contact formé entre les deux films minces métalliques, en fonction de la force appliquée (cf. Figure III-44).



**Figure III-44 – Principe de l'essai de compression de barreaux croisés appliqué au cas de films minces.**

Afin de réaliser de tels essais, un équipement de traction-compression « Alliance RT5<sup>TM</sup> » de MTS Systems Corporation est utilisé (Figure III-45). Cet équipement se compose d'un bâti rigide ( $80.10^6 \text{ N/m}$ ), avec de chaque côté des vis sans fin, permettant le déplacement vertical d'une traverse. Une colonne rigide en acier, connectée à un capteur de force, permet de transmettre le déplacement de la traverse. Le capteur de force utilisé ici, possède une charge maximale de 125N et une sensibilité de 2,31mV/V. Le déplacement est quant à lui donné par un capteur haute résolution en sortie du système d'asservissement, dont la résolution est fixée à  $0,2\mu\text{m}$ . Il est possible de piloter l'équipement à partir d'un ordinateur, via le logiciel TestWorks<sup>TM</sup>. Cependant, cet équipement seul requiert des modifications pour permettre la réalisation des essais de compression avec nos échantillons.



**Figure III-45 – Photographie de la machine de traction/compression « Alliance RT5<sup>TM</sup> » de MTS Systems Corporation.**

Le montage de compression de lentilles imaginé, comporte tout d'abord, un système de guidage permettant d'éviter tout phénomène de torsion et de glissement (cf. Figure III-46). Ce système de guidage est composé de deux axes cylindriques vissés sur une base, servant de guide à une traverse rigide. L'emploi de bagues en Iglidur® placées entre la traverse et les axes et de graisse silicone permet de favoriser le glissement et de limiter le frottement entre les deux éléments du système de guidage.

La première lentille est placée sous la traverse et la deuxième lentille est disposée perpendiculairement à la première sur un système de positionnement sous la traverse. La présence d'une molette de réglage permet de déplacer la lentille inférieure, de manière à réaliser des points de contact successifs différents le long des génératrices de chaque lentille (cf. Figure III-47). Un tour de molette correspond à 1mm dans le sens du déplacement de la platine soit un écart d'environ 700µm entre deux points de mesures. Afin de déterminer le pas à imposer entre chaque point de mesure pour éviter qu'ils se superposent, le rayon de contact est estimé à l'aide de la relation d'Hertz (cf. Equation II-30) (fonction du rayon des lentilles et de la force appliquée), en supposant que les lentilles en Silice se déforment élastiquement. Par défaut, un pas d'environ 3 fois le rayon de contact au minium est imposé. Par exemple, un demi-tour de molette est imposé pour des lentilles de 6,57mm de rayon à une force de 25N, ce qui équivaut à un déplacement dans la diagonale de 500µm, soit environ un pas de 350µm pour un rayon de contact élastique d'environ 142µm.

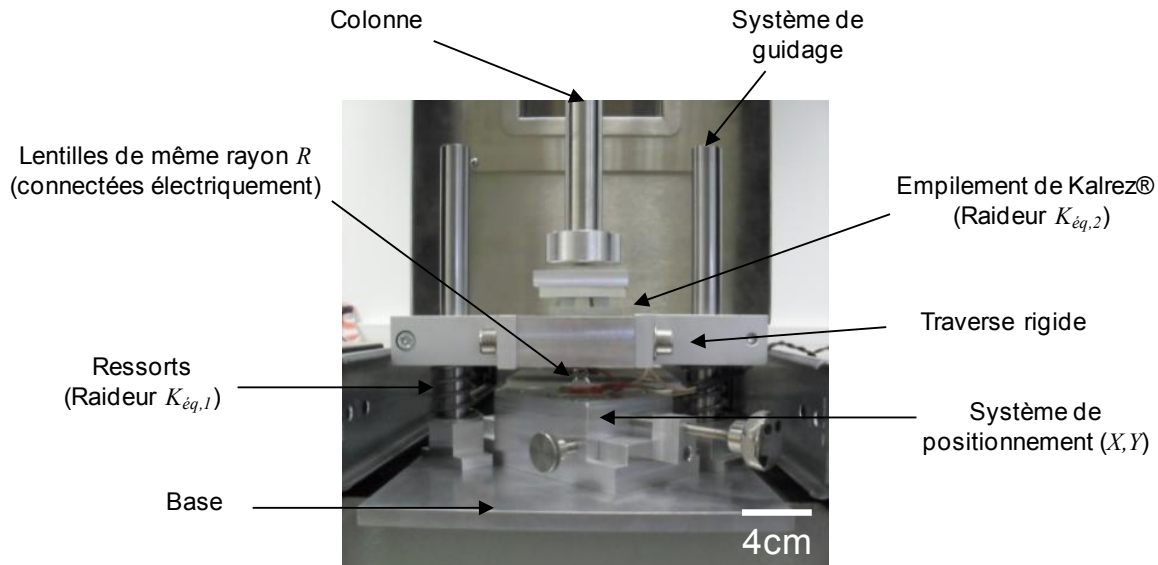


Figure III-46 – Photographie du montage de compression de barreaux croisés placé dans l'équipement de traction/compression.

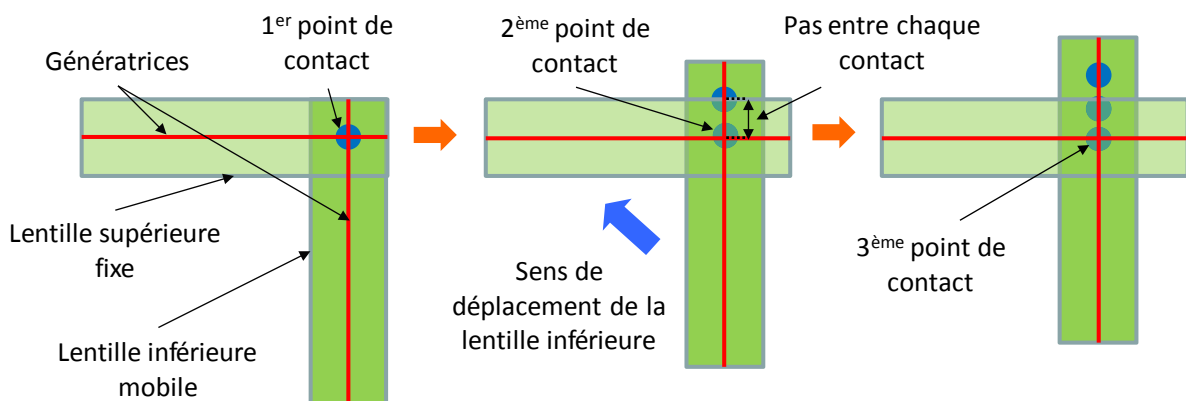


Figure III-47 – Principe schématisé du système de positionnement (vue de dessus).

Pour soutenir la traverse au repos, des ressorts hélicoïdaux de compression en acier ont été placés autour des axes de guidage. Ces ressorts, disposés en parallèle, ont une raideur équivalente  $K_{eq,1}$  d'environ 12N/mm. Par ailleurs, pour gagner en sensibilité sur la détection du contact lors de l'étape d'approche des deux lentilles, une série de ressorts composée de plusieurs morceaux de polymère (Kalrez®), est disposée entre la colonne et la traverse. Cet empilement a une raideur équivalente  $K_{eq,2}$  d'environ 57N/mm. Ainsi, la raideur totale équivalente du système, notée  $K_{eq,tot}$ , avant contact entre les lentilles est d'environ 10N/mm (cf. Figure III-49). Le contact est détecté pour des forces appliquées au système ressorts-lentilles, comprises entre 15 et 25N (selon le rayon des lentilles et la hauteur des ressorts hélicoïdaux utilisés). A ces niveaux de forces, la résolution est comprise entre 35 et 60mN, ce qui correspond à des résolutions en déplacement de 3,5 à 5,7 $\mu$ m avant contact et de 0,7 à 1,2 $\mu$ m après contact. Par ailleurs, une fluctuation de la raideur est observée lors de la détection du contact (cf. Figure III-49), laquelle est due au temps de réponse du système, fonction des paramètres du régulateur « P.I.D. » (Proportionnel Intégral Dérivé), pour retrouver un régime stationnaire.

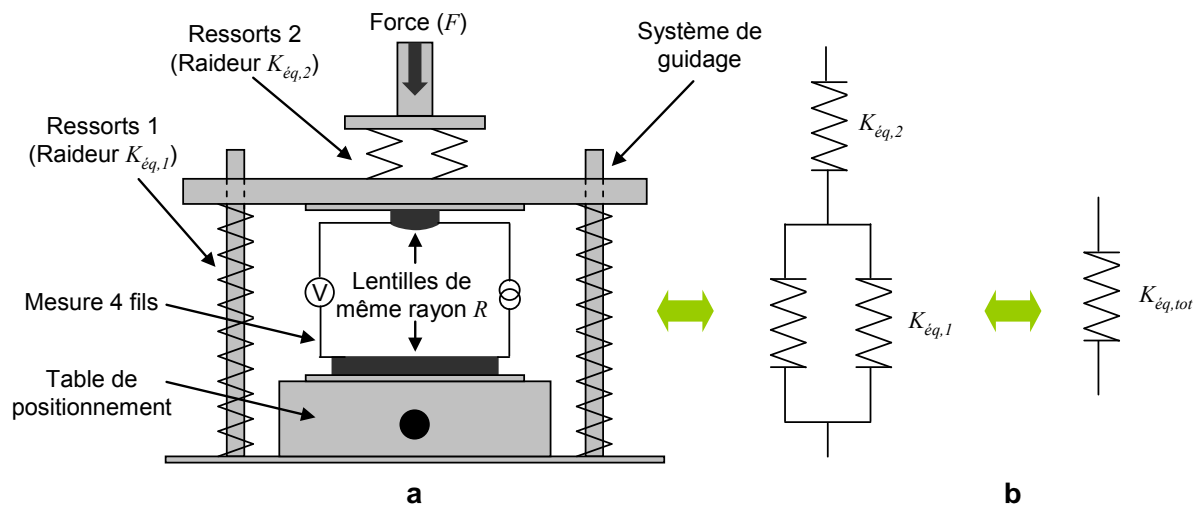


Figure III-48 – a) Schématisation du montage de compression de barreaux croisés avec mesure électrique avant contact, b) schémas équivalents du montage.

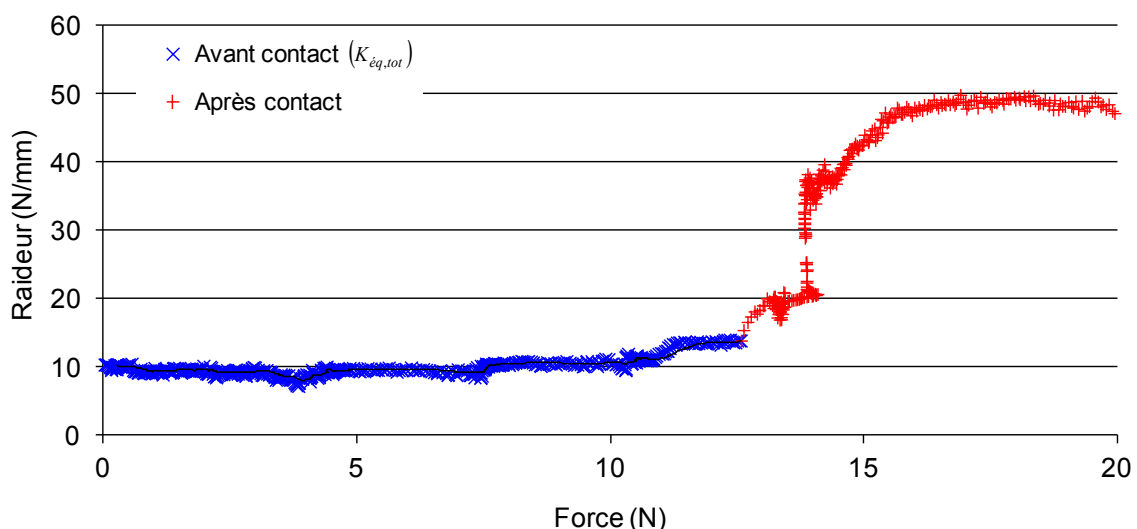
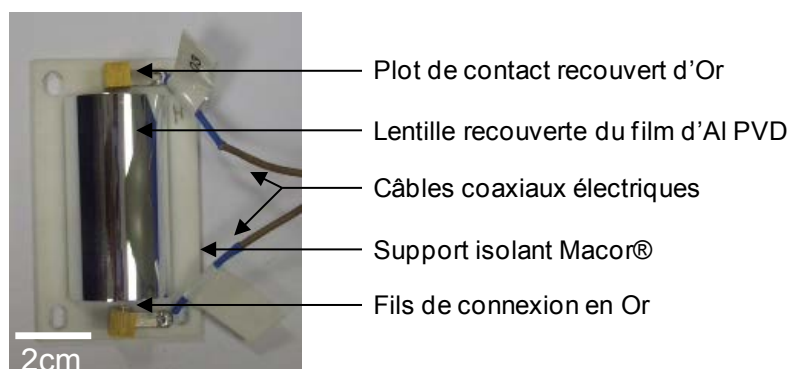


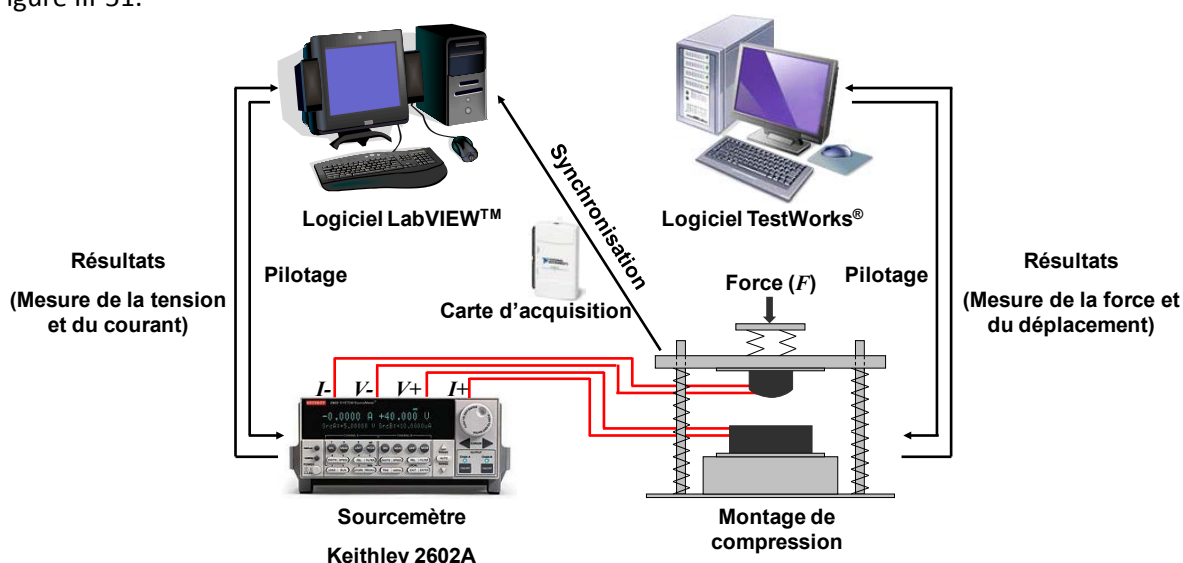
Figure III-49 – Evolution de la raideur moyenne en fonction de la force mesurée expérimentalement pour le montage complet avec deux lentilles de rayon 6,57mm.

Ce dispositif a été étudié de manière à pouvoir réaliser en parallèle de l'essai de compression, une mesure électrique de la résistance électrique de contact. Le principe de la mesure électrique est équivalent à celui présenté dans la partie III.2.3.1, reprenant les méthodes « 4 fils » et « inversion de courant ». Afin de réaliser une mesure « 4 fils », les lentilles sont tout d'abord collées sur un support isolant en céramique Macor®, puis connectées électriquement (2 fils par lentille), à l'aide de fils d'Or de 25µm de diamètre à des plots d'Aluminium recouverts d'un film d'Or PVD, d'environ 1µm d'épaisseur (cf. Figure III-50). Des câbles coaxiaux sont ensuite soudés sur ces plots recouverts d'Or, puis sont connectés à un SMU (Keithley 2602A). Cet appareil est piloté par l'intermédiaire d'un câble GPIB, à l'aide d'un ordinateur via le logiciel LabVIEW™. Un programme similaire à celui utilisé lors des essais de microinsertion dans le nanoindenteur, a donc été développé sous LabVIEW™ durant cette thèse, afin d'envoyer les consignes au SMU et de récupérer les données expérimentales (courant et tension en fonction du temps).



**Figure III-50 – Photographie d'une lentille recouverte d'un film d'Aluminium, avec les connexions électriques sur les plots de contact.**

Parallèlement, la méthode pour piloter les essais de compression, a été développée sous le logiciel TestWorks™. Ainsi, l'équipement de traction/compression et l'instrument sourcemètre/voltmètre (SMU) sont pilotés indépendamment avec deux ordinateurs distincts. La synchronisation des données expérimentales est réalisée en envoyant un signal numérique (0-5V) depuis un des ports digitaux de l'équipement de traction/compression, à une carte d'acquisition (USB-6211 de National Instruments™) reliée par USB, à l'ordinateur pilotant le SMU. La chaîne complète de mesure électrique pour les essais de compression avec mesure électrique est donnée Figure III-51.



**Figure III-51 – Représentation schématique de la chaîne de mesure pour les essais de compression avec mesure électrique.**

Après avoir décrit les échantillons et le montage expérimental utilisés pour effectuer des essais de compressions avec mesure électrique, la description du protocole de mesure fait l'objet de la partie suivante.

### III.3.3 Protocole expérimental

Le protocole expérimental utilisé pour les essais de compression avec couplage électrique intègre les consignes en termes d'évolution de la force en fonction du temps et les consignes pour effectuer la mesure électrique.

Le montage est initialement dans sa position de repos (position initiale), les lentilles ne sont pas en contact et sont distantes de quelques millimètres. L'approche des deux lentilles se fait à une vitesse de 0,2N/s. Une fois le contact détecté à une force notée  $F_{contact}$ , par variation de raideur (environ 120% de  $K_{eq,tot}$ ), le protocole suivant est appliqué (cf. Figure III-52) :

- une première étape de charge, à une vitesse de charge constante,  $\dot{F}$  (0,1N/s, 0,2N/S ou 1N/s), jusqu'à une force maximale  $F_{max}$  (25 ou 50N) ;
- une étape de maintien à la force maximale  $F_{max}$  durant 120s ;
- une étape de décharge à la vitesse opposée de la charge, jusqu'à la perte du contact ;
- puis, le retour de la traverse à la position initiale.

La mesure électrique est déclenchée quelques secondes avant d'avoir détecté le contact mécanique (cf. Figure III-52). Afin d'éviter les phénomènes de claquage de l'oxyde natif (cf. § II.3.6.3) et de fusion des matériaux de contact (cf. § II.4) susceptibles d'altérer la nature du contact électrique, les mêmes précautions que pour les essais de microinsertion sont prises. Ainsi, la mesure électrique est pilotée en imposant une tension constante de 5mV et une limite en courant de 500mA. Une tension de 5mV entraîne un champ électrique de 0,625MV/m, pour un contact Al-Al (soit une épaisseur totale d'oxyde natif de 8nm), ce qui est négligeable par rapport au champ de claquage de l'Alumine native, d'environ 25MV/m [GLOOS 2003], donné dans le chapitre II. Par ailleurs, cette faible tension autorisée aux bornes du contact électrique garantit l'absence d'échauffement du contact, en accord avec la relation de Kolrausch ( $T_f(Al) = 270 - 300mV$ ) (cf. § II.4.2). La limite de courant de 500mA permet la mesure de valeurs de résistance électrique aussi faibles que 10mΩ. La mesure électrique cesse après la perte du contact mécanique. Enfin, l'acquisition des données (force, déplacement, courant électrique et tension électrique) est faite à une fréquence de 10Hz durant la charge et la décharge.

Une fois la mesure électrique effectuée lors d'un essai de compression, les valeurs expérimentales de résistance électrique de contact peuvent-être corrigées de l'effet d'étalement des lignes de courant électrique (« spreading »), dans le film mince d'Aluminium. La méthode employée se base sur une étude réalisée au travers de calculs par la méthode des éléments finis [MANDRILLON 2012]. Elle est décrite dans l'[Annexe – C](#).

Ce protocole expérimental sera utilisé dans le chapitre V, où seront présentés, puis analysés les résultats de mesures de résistance électrique de contact lors d'essais de compression. L'influence de différents paramètres sera étudiée, tels que la géométrie du contact (rayon des lentilles), la vitesse de charge, et la force maximale. La partie suivante de ce mémoire est dédiée à la validation de ce montage expérimental et du protocole de mesure.

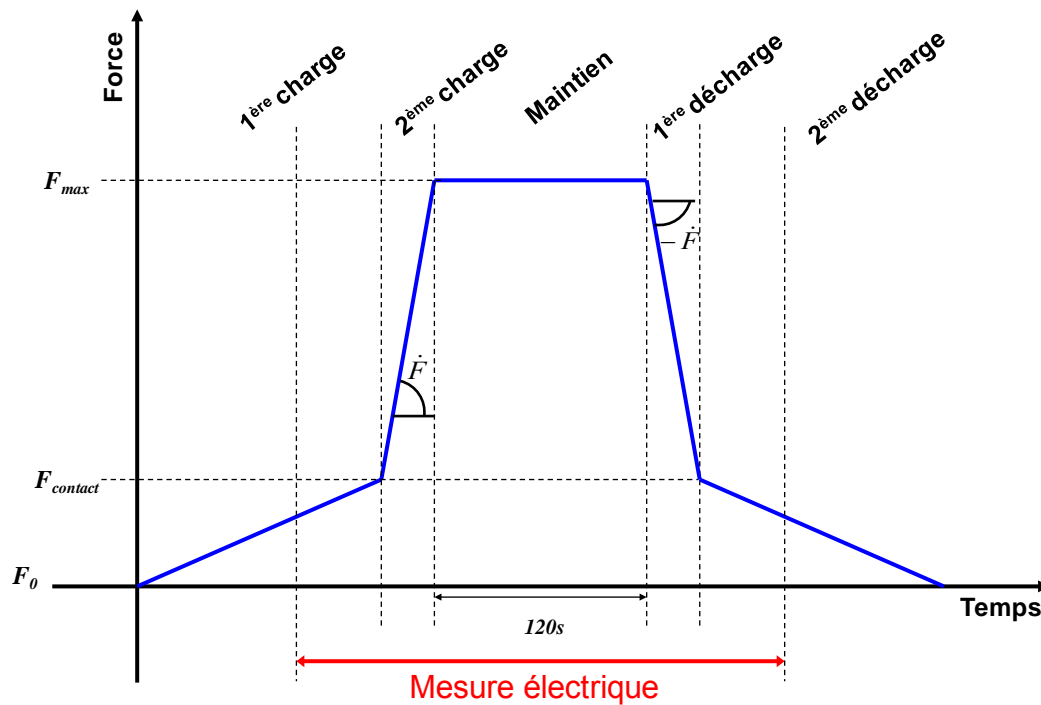


Figure III-52 – Protocole expérimental pour l'essai de compression avec mesure électrique.

### III.3.4 Validation du montage expérimental

Afin de valider le montage et le protocole expérimental, un premier test de compression purement mécanique est effectué, puis un second avec mesure électrique.

Le but du premier test consiste à valider la stabilité latérale du montage de guidage en translation des lentilles. Il consiste à mettre en contact deux lentilles identiques à celles présentées dans la partie III.3.1. Un papier abrasif utilisé habituellement pour le polissage des couches minces en microélectronique par CMP<sup>r</sup> est collé sur l'une d'entre elles. Les particules abrasives sur le papier de polissage sont de l'ordre de  $0,3\mu\text{m}$ . Le protocole expérimental de mise en compression utilisé dans cet essai, est identique à celui donné Figure III-52, sans la mesure électrique. Une fois l'essai terminé, la surface de la lentille en contact avec le papier de polissage est observée au MEB (cf. Figure III-53). Aucune rayure n'est alors visible, ce qui laisse penser qu'il n'y a pas de glissement entre les deux lentilles. Ce premier essai permet de valider ainsi l'essai de compression d'un point de vue mécanique.

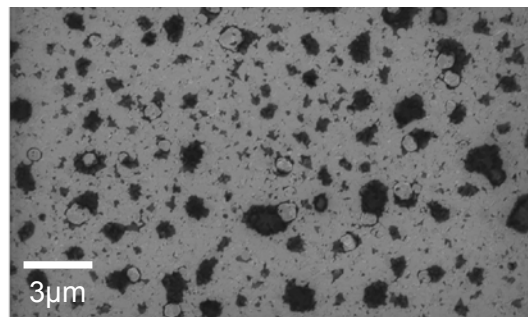


Figure III-53 – Observation au MEB du film d'Aluminium après l'essai de compression avec le papier de polissage.

<sup>r</sup> CMP : « Chemical Mechanical Polishing » en anglais pour polissage mécano-chimique.

Le second test a pour objectif de valider la mesure électrique en fonction de la force appliquée. Il est réalisé à l'aide de deux lentilles de rayon 3,5mm (cf. Figure III-54). La première lentille est recouverte d'un film mince d'Or épais de 1µm et la seconde d'un film mince de 500nm d'alliage AuNi<sub>0,05</sub> déposé sur un film de 500nm d'Or. Ces films sont identiques à ceux utilisés durant les travaux de thèse de Duvivier [\[DUVIVIER 2011\]](#). Des essais de compression (jusqu'à une force de 2N) avec mesure électrique avaient alors été effectués sur ces lentilles à l'aide d'une microbalance de précision. Afin de valider notre dispositif et le protocole expérimental, une série de 3 compressions avec mesure électrique est réalisée sous une force maximale de 4N. L'évolution moyenne de la résistance électrique de contact, en fonction de la force appliquée obtenue est alors comparée à celle enregistrée par Duvivier avec sa microbalance de précision (cf. Figure III-55). Les deux séries de valeurs expérimentales sont très proches et permettent ainsi de valider le dispositif et le protocole expérimental.

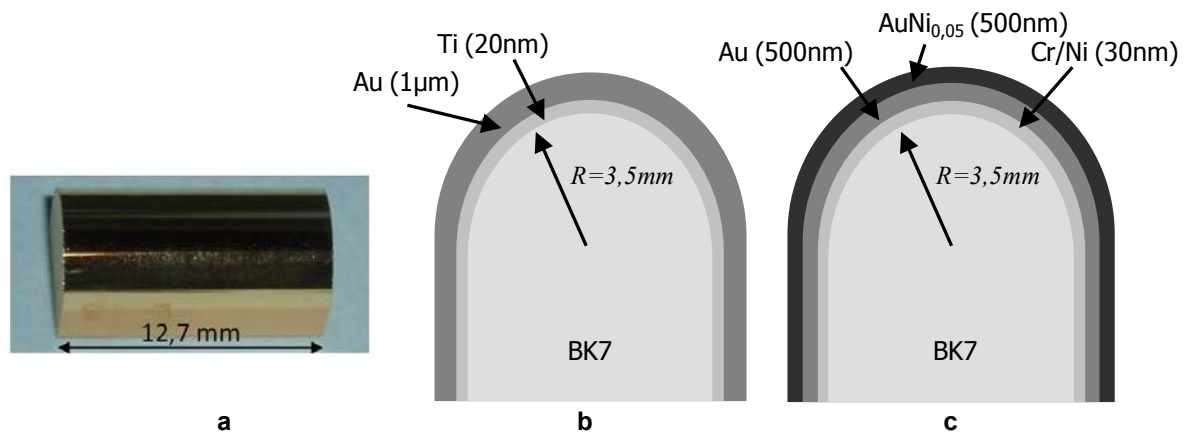


Figure III-54 – a) Photographie d'un barreau recouvert d'un film d'Or, puis vues schématisées en coupe de b) la lentille avec le film mince d'Or et de c) la lentille avec le film mince d'AuNi<sub>0,05</sub> [\[DUVIVIER 2011\]](#).

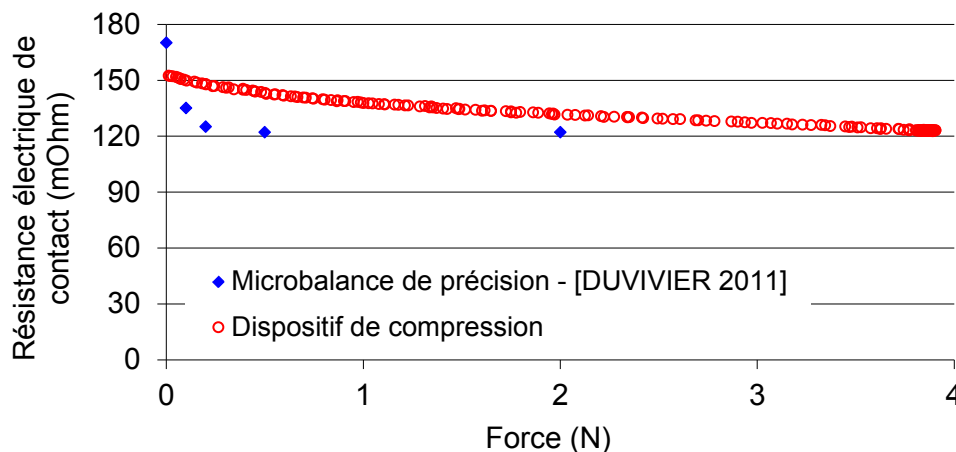


Figure III-55 – Comparaison de l'évolution de la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée pour un contact Au-AuNi<sub>0,05</sub>, avec une balance de précision [\[DUVIVIER 2011\]](#) et avec le dispositif de compression présenté au § III.3.2.

Cette dernière partie a permis de décrire le dispositif de compression de barreaux croisés avec mesure électrique développé au cours de cette thèse. La présentation des échantillons et leur préparation, ainsi que le dispositif expérimental utilisé pour réaliser les essais de compression ont été détaillés. Enfin, le montage a été validé mécaniquement et électriquement.

### **Conclusion**

Ce chapitre III a eu pour objet la description de l'ensemble des dispositifs expérimentaux et des protocoles de mesure utilisés au cours de cette thèse. On a montré que l'utilisation d'un nanoindenteur permet de caractériser mécaniquement les matériaux mis en jeu dans le contact réalisé par microinsertion et que le développement d'un modèle élastique multicouche permet d'extraire les caractéristiques mécaniques de matériaux constitutifs de couches minces empilées. On a également mis en évidence que des mesures fines du contact électrique étaient accessibles avec le nanoindenteur instrumenté aussi bien qu'avec le montage expérimental développé au cours de cette thèse utilisant une machine de compression. L'ensemble de ces outils permet de surcroît de s'affranchir de la procédure de fabrication d'empilement de puces par thermocompression. Les résultats mécaniques et électriques obtenus avec ces équipements sont dévoilés dans les chapitre IV et V.





***Chapitre IV - Comportement mécanique des matériaux de  
contact***

### **Introduction**

A l'aide du nanoindenteur présenté au chapitre précédent, les matériaux de contact, à savoir le film d'Al(Cu wt-0,5%), le microinsert de Nickel et l'oxyde natif d'Aluminium, sont caractérisés mécaniquement. L'objectif de ce chapitre est de déterminer les propriétés mécaniques de chaque matériau.

La nanoindentation avec un indenteur Berkovich est souvent utilisée afin d'obtenir rapidement des valeurs de modules d'Young et de dureté des matériaux. Or, dans notre cas la fine épaisseur des couches nous oblige à tenir compte de l'influence des couches sous-jacentes. Par ailleurs, afin de caractériser plus finement le comportement plastique et fragile des matériaux, l'indentation sphérique est utilisée. Elle nécessite d'être couplée à des simulations réalisées par calculs par la méthode des éléments finis, afin de compléter et valider les lois de comportement des matériaux étudiés.

Chaque matériau de contact est d'abord caractérisé morphologiquement (épaisseur, taille de grain, rugosité...), chimiquement et structurellement (microstructure, texture, cristallographique...), avant d'être caractérisé mécaniquement. Les propriétés mesurées de chaque matériau sont résumées dans un tableau figurant en conclusion de ce chapitre et doivent permettre d'expliquer qualitativement et quantitativement les résultats obtenus lors des essais de compression de barreaux croisés et des essais de microinsertion dans le chapitre V.

### **IV.1. Films minces d'Aluminium**

La première partie de ce chapitre est consacrée à l'étude du film mince d'Al(Cu). Après quelques caractérisations préliminaires, les propriétés mécaniques de la couche sont extraites par indentation instrumentée (indenteur Berkovich et sphérique), couplée à des simulations réalisées avec la MEF. Les mesures d'indentation permettent de mettre en évidence l'influence de la taille de grain sur les propriétés plastiques.

#### **IV.1.1 Description de l'échantillon et caractérisations préliminaires**

##### **IV.1.1.1. Description de l'échantillon**

La couche mince d'Al(Cu) étudiée dans cette partie est déposée par PVD à une pression d'environ 6 à 8mT d'Ar, sur un substrat de Silicium oxydé (cf. Figure IV-1). Le substrat de Silicium est une plaque circulaire épaisse de 725 $\mu$ m et orientée selon l'axe <100>, obtenue à l'aide du procédé de croissance de Czochralski. Le substrat dopé P ( $10^{15}$ - $10^{16}$ at.cm<sup>-3</sup>), est ensuite oxydé thermiquement durant 1h05min à une température de 1050°C par voie sèche, ce qui permet d'avoir un oxyde (SiO<sub>2</sub>) épais de 500nm. La couche mince d'Al(Cu) est déposée par pulvérisation à partir d'une cible d'Al(Cu wt-0,5%) et a une épaisseur moyenne de 650nm. Cette couche est polycristalline, avec une taille de grain fonction des paramètres de dépôts (température, puissance du plasma, durée du dépôt). Dans notre étude, trois tailles de grain comprises entre 1,2 et 5,8 $\mu$ m (arbitrairement appelées « petite », « moyenne » et « grande ») sont caractérisées et les paramètres de dépôts correspondants sont résumés dans le Tableau IV-1.

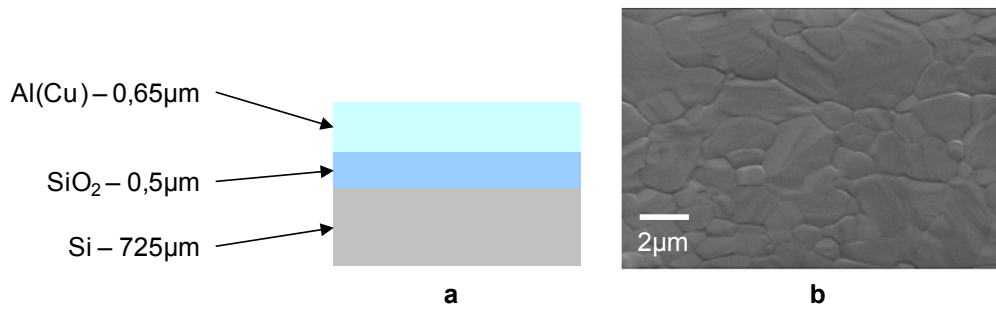


Figure IV-1 – a) Schématisation et b) observation MEB de la surface de l'empilement Al(Cu)/SiO<sub>2</sub>/Si.

<b>Echantillon A</b> « Petite » taille de grain	Température de dépôt	200°C
	Puissance du plasma	4kW
	Temps de dépôt	88s
<b>Echantillon B</b> « Moyenne » taille de grain	Température de dépôt	450°C
	Puissance du plasma	15kW / 6kW / 4kW
	Temps de dépôt	10s / 17s / 36s
<b>Echantillon C</b> « Grande » taille de grain	Température de dépôt	450°C
	Puissance du plasma	12kW
	Temps de dépôt	36s
<b>Tableau IV-1 – Tableau récapitulatif des paramètres de dépôt du film mince d'Al(Cu) selon la taille de grain.</b>		

#### IV.1.1.2. Caractérisations morphologiques

La première étape après l'élaboration de l'échantillon consiste à réaliser une caractérisation morphologique de celui-ci. L'épaisseur des films est d'abord vérifiée à l'aide d'observations faites au MEB (ZEISS Ultra Plus) sur la tranche des échantillons. Ces observations permettent de mettre en évidence une structure « bambou » des grains d'Al(Cu) (cf. Figure IV-2).

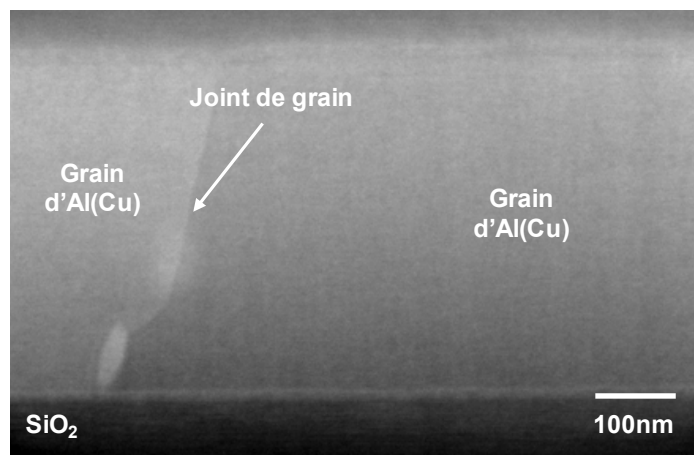
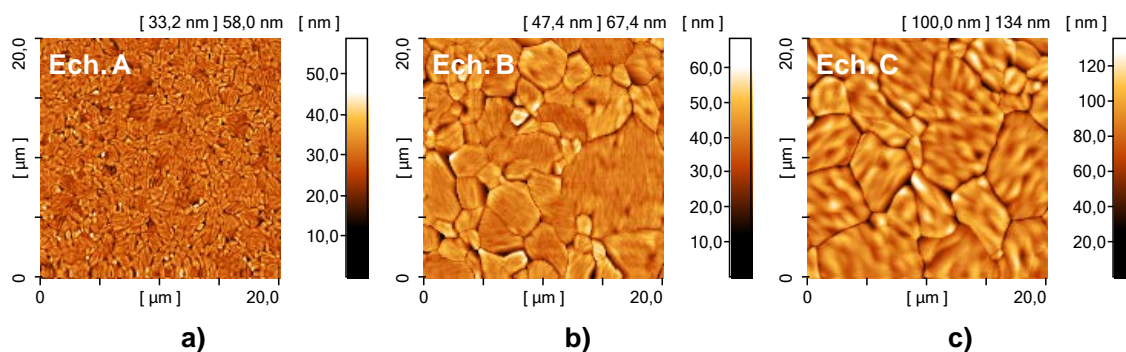


Figure IV-2 – Vue en coupe au MEB du film mince d'Al(Cu) avec la moyenne taille de grain (Echantillon B).

Des mesures de topographie de surface sont effectuées pour chaque échantillon de tailles de grain différentes (cf. Figure IV-3), à l'aide d'un microscope AFM (DME – DualScope™ DS 95 Scanner), en mode « tapping ».



**Figure IV-3 – Observations à l’AFM de la surface des différents films minces d’Al(Cu) : a) échantillon A, b) échantillon B et c) échantillon C.**

Ces images AFM permettent d’estimer la rugosité de surface des échantillons. Par défaut, la rugosité est ici calculée à partir de la formulation statistique de la moyenne quadratique, couramment appelée rugosité RMS (pour « Root Mean Square » en anglais). D’autre part, les tailles de grain moyennes sont évaluées à partir d’observations AFM (20μm x 20μm pour l’échantillon A et 200μm x 200μm pour les échantillons B et C), en appliquant des matrices de convolution aux images avec le logiciel de traitement d’image « ImageJ ». Enfin, les épaisseurs mesurées, avec les diamètres moyens de grains et les rugosités RMS calculées pour chaque échantillon, sont résumés dans le Tableau IV-2.

	Epaisseur du film	Diamètre moyen de grain	Rugosité RMS
<b>Echantillon A – Petite taille de grain (200°C)</b>	(635 ± 13)nm	1,2μm	4,1nm
<b>Echantillon B – Moyenne taille de grain (450°C)</b>	(645 ± 15)nm	4,5μm	5,6nm
<b>Echantillon C – Grande taille de grain (450°C)</b>	(662 ± 10)nm	5,8μm	13,4nm
<b>Tableau IV-2 – Tableau récapitulatif des épaisseurs mesurées au MEB et des tailles de grain et rugosités RMS calculées à l’aide des observations AFM, pour les différents échantillons d’Al(Cu).</b>			

L’acquisition des diamètres moyens des grains pour les différents films d’Al(Cu) permet de tracer les cartes de déformation de Frost et Ashby [\[FROST 1982\]](#), respectivement pour chaque film. Ces cartes sont établies à partir de données valables pour de l’Aluminium pur et à l’aide du logiciel « maps », développé par Charlotte Caudrelier du SIMaP, et sont données en [Annexe – E](#).

#### IV.1.1.3. Etude de la composition chimique

Les spectres du rayonnement de rayons X sont étudiés pour les différents échantillons à l’aide d’une analyse dispersive en énergie, appelée EDS ou EDX (pour Energy Dispersive X-ray Spectrometry en anglais). Cette analyse est à la fois qualitative et quantitative (étalonnage avec un échantillon de Cu pur). Le capteur est ici directement intégré à un MEB (ZEISS Ultra Plus). Les spectres alors obtenus pour les trois échantillons sont identiques (cf. Figure IV-4) et la teneur en Cuivre dans le film mince d’Al(Cu) est évaluée à environ 0,55% en masse, soit 0,23% en atome. Ce résultat est cohérent avec la composition de la cible d’Al(Cu) utilisée pour réaliser les dépôts.

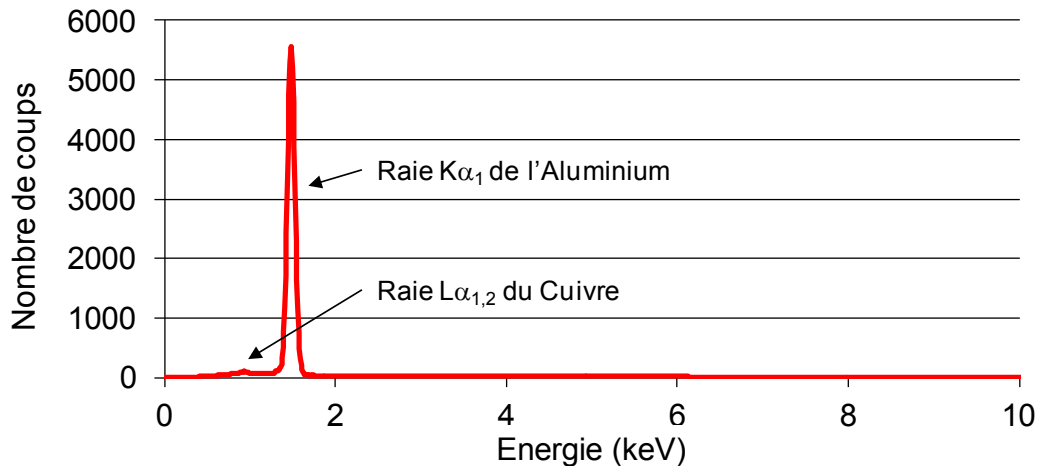


Figure IV-4 – Spectre en énergie du rayonnement X obtenu par EDS.

#### IV.1.1.4. Etude de la microstructure

L'étude de la microstructure des échantillons d'Al(Cu) est réalisée avec la technique EBSD (« Electron BackScatter Diffraction » en anglais pour diffraction d'électrons rétrodiffusés). Les mesures sont faites directement avec un capteur intégré à un MEB (ZEISS Ultra 55). Les résultats obtenus sont identiques pour les 3 échantillons et sont donnés ici au travers de figures de pôles pour les différentes familles de plans (cf. Figure IV-5). Cependant, le taux d'indexation des zones observées n'est ici que de 40%. Ce faible taux est dû à la rugosité du film d'Al(Cu) et à la présence d'un oxyde natif, alors que l'épaisseur de matière sondée par le faisceau électronique n'est que d'environ 20nm. Toutefois, les projections stéréographiques obtenues sont caractéristiques d'un matériau cubique et d'une texture de fibre {111} normale à la surface de l'échantillon.

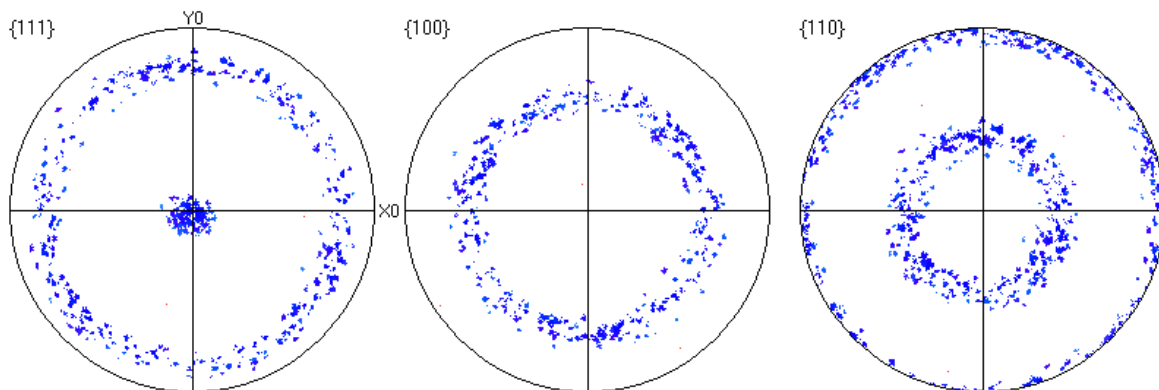


Figure IV-5 – Figures de pôles obtenues par EBSD d'un film mince d'Al(Cu) épais de 650nm.

#### IV.1.1.5. Contraintes résiduelles

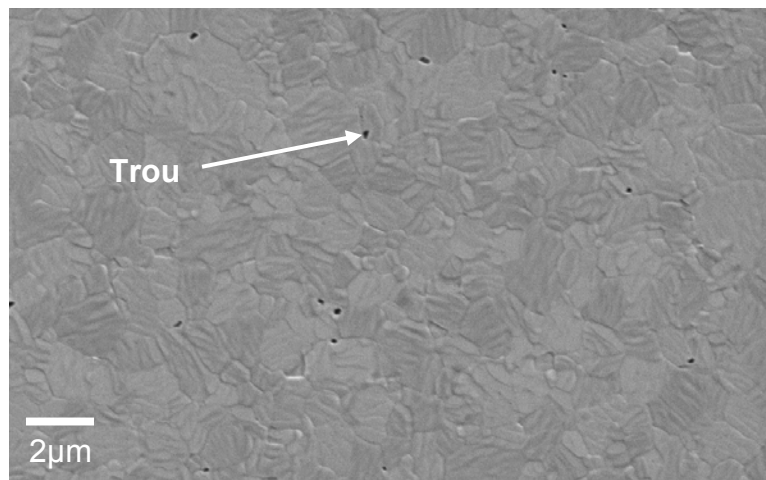
Selon la formule de Stoney (cf. Equation II-26), donnée dans le chapitre II (cf. § II.1.3.3), il est possible d'évaluer à partir des valeurs de rayons de courbure, le niveau de contrainte résiduelle (somme des contraintes intrinsèques et des contraintes thermiques) dans un film déposé sur un substrat. Notons que dans le cas d'une structure multicouche, la formule II-26 de Stoney reste valable [\[CHERAULT 2006\]](#). Les rayons de courbure de l'empilement sont donc mesurés selon deux diamètres, avant et après dépôt à température ambiante. Pour cela, l'équipement FLEXUS 2320 de KLA-Tencor est utilisé et permet de déterminer la courbure d'une plaque en balayant celle-ci à l'aide d'un faisceau laser (longueur d'onde de 750nm). Ainsi, en

prenant les épaisseurs des films minces d'Al(Cu) données Tableau IV-2 et les caractéristiques et propriétés pour le substrat de Silicium répertoriées dans le Tableau IV-3, le niveau de contrainte résiduelle est évalué pour chaque type d'échantillon d'Al(Cu). Le module biaxial  $E/(1-\nu)$  du substrat de Silicium est calculé à partir des valeurs de constantes élastiques données par [\[LEVY 2001\]](#) et de la relation II-28. Les trois dépôts sont en tension et les valeurs calculées sont données Tableau IV-4.

Etant donné que les épaisseurs des films d'Al(Cu) sont semblables, la température de dépôt est le seul paramètre pouvant influencer significativement les valeurs de contraintes résiduelles. Dans un premier temps, on peut imaginer que plus la température de dépôt est élevée, et plus le niveau de contrainte résiduelle de traction à température ambiante est grand, du fait de l'importante déformation thermo-élastique lors du refroidissement de l'empilement (différence des coefficients de dilatation entre le film et le substrat).

<b>Epaisseur du substrat de Silicium</b>	725 $\mu$ m
<b>Module biaxial (100) du Silicium</b>	179,4GPa
<b>Tableau IV-3 – Tableau récapitulatif des caractéristiques et propriétés du substrat de Silicium.</b>	

	<b>Contrainte résiduelle</b>
<b>Echantillon A – Petite taille de grain (200°C)</b>	355,1MPa
<b>Echantillon B – Moyenne taille de grain (450°C)</b>	212,7MPa
<b>Echantillon C – Grande taille de grain (450°C)</b>	197,4MPa
<b>Tableau IV-4 – Tableau récapitulatif des valeurs de contraintes résiduelles calculées pour les différentes couches minces d'Al(Cu).</b>	



**Figure IV-6 – Observation au MEB de la surface de l'échantillon d'Al(Cu) avec la petite taille de grain (Echantillon A).**

Etonnamment, les dépôts réalisés à 450°C (Echantillons B et C) sont moins contraints, que le dépôt obtenu à 200°C (Echantillon A). Cette observation peut s'expliquer par le fait que le niveau des contraintes résiduelles à température ambiante est contrôlé par la microstructure du film mince. Autrement dit, la taille de grain du film polycristallin contrôle la relaxation du film par des mécanismes de plasticité intragranulaire (limite élastique inversement proportionnelle au diamètre moyen des grains). Des travaux similaires ont été réalisés sur des couches minces AlSi(wt-1%)Cu(wt-0,5%) par [\[BOSTROM 2001\]](#), aboutissant aux mêmes conclusions. D'autre part, la formation, à température ambiante, de trous intergranulaires dans le film mince d'Al(Cu) réalisé à 200°C, a été observée plusieurs mois après le dépôt (cf. Figure IV-6). Ainsi, une

hypothèse d'une relaxation des contraintes résiduelles par la formation de trous aux joints de grains est émise. La formation de tels trous a déjà été observée à température ambiante pour des alliages similaires [\[WITVROUW 1999\]](#).

### IV.1.2 Caractérisation mécanique de l'Al(Cu)

Un nanoindenteur instrumenté est utilisé afin de caractériser les propriétés mécaniques des films minces d'Al(Cu). Un indenteur de type Berkovich est d'abord utilisé afin de déterminer le module d'Young et la dureté de chaque film.

#### IV.1.2.1. Protocole expérimental

Les essais d'indentations pour les caractérisations élastiques et plastiques des matériaux sont réalisés à l'aide de la tête XP du nanoindenteur présenté § III.1.1.1. Les mesures sont faites avec un indenteur en diamant de type Berkovich (cf. Figure III-5), avec l'option CSM (mesure en continu de la raideur de contact), ce qui permet d'accéder à l'évolution du module d'Young en fonction de la profondeur d'indentation (ou profondeur de pénétration). Les paramètres utilisés par défaut pour le mode CSM sont une amplitude d'oscillation de 2nm et une fréquence d'oscillation de 45Hz. Les valeurs de forces, déplacements et raideurs de contact obtenues, sont acquises à une fréquence de 10Hz et sont ensuite corrigées de l'influence du mode CSM (cf. § III.1.1.1).

Les essais d'indentations ne se font que si la dérive thermique mesurée est inférieure à 0,05nm/s. Une fois cette condition remplie, l'indenteur se positionne alors à l'endroit où l'essai d'indentation a été programmé. L'indenteur s'approche à une vitesse de 10nm/s à partir d'une distance d'environ 1µm, afin de détecter correctement la surface. Le critère de détection de surface est défini par une élévation de la raideur de contact de 200N/m. Une fois la surface de l'échantillon détectée, l'essai d'indentation peut être réalisé. Le protocole expérimental d'indentation complet est donnée Figure IV-7. Il se divise en quatre principales étapes :

- **Etape n°1 : Charge**

La charge se fait à une vitesse de déformation constante de 0,05/s, afin de s'affranchir du fluage du matériau caractérisé [\[LUCAS 1997\]](#). L'essai d'indentation est ici piloté en force et la charge maximale  $F_{\max}$  est donnée en programmant le déplacement maximal à ne pas dépasser.

- **Etape n°2 : Première décharge**

L'étape de décharge se fait à une vitesse égale au produit de la force maximale  $F_{\max}$  par la vitesse de déformation appliquée lors de l'étape de charge. La décharge s'arrête pour une force  $F_d$  égale à 10% de la force maximale  $F_{\max}$ .

- **Etape n°3 : Mesure de la dérive thermique**

Cette étape permet de mesurer la dérive thermique (théoriquement inférieure à 0,05nm/s) et ainsi de corriger les courbes expérimentales force-profondeur de pénétration a posteriori. Cette étape dure 100s et se fait à force constante égale à  $F_d$ .

- **Etape n°4 : Deuxième décharge**

Enfin, une dernière étape de décharge rapide permet de retirer complètement l'indenteur de l'échantillon.

En suivant ce protocole, la fonction d'aire de l'indenteur Berkovich est d'abord calibrée sur une profondeur de 2µm, à l'aide d'une série de 30 essais sur un échantillon massif de Silice fondue (cf. Figure IV-8). Les coefficients de l'équation III-8 sont alors déterminés à partir des équations III-7 et III-23, en fixant les valeurs du module d'Young réduit et de la dureté de la Silice fondue. Le module d'Young réduit de la Silice fondue est d'environ 72,5GPa et sa dureté est



comprise entre 10 et 12GPa [FISCHER-CRIPPS 2 2004]. Les propriétés mécaniques de la Silice fondue sont supposées être constantes sur les 2 microns d'indentation, étant donné qu'il s'agit d'un matériau amorphe.

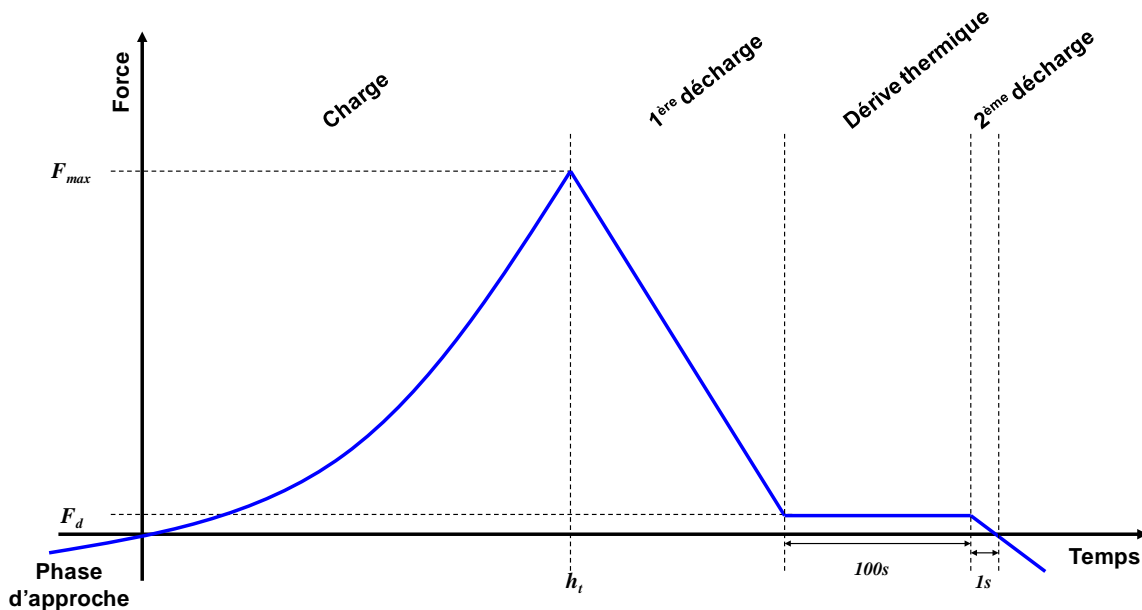


Figure IV-7 – Protocole expérimentale pour l'essai d'indentation.

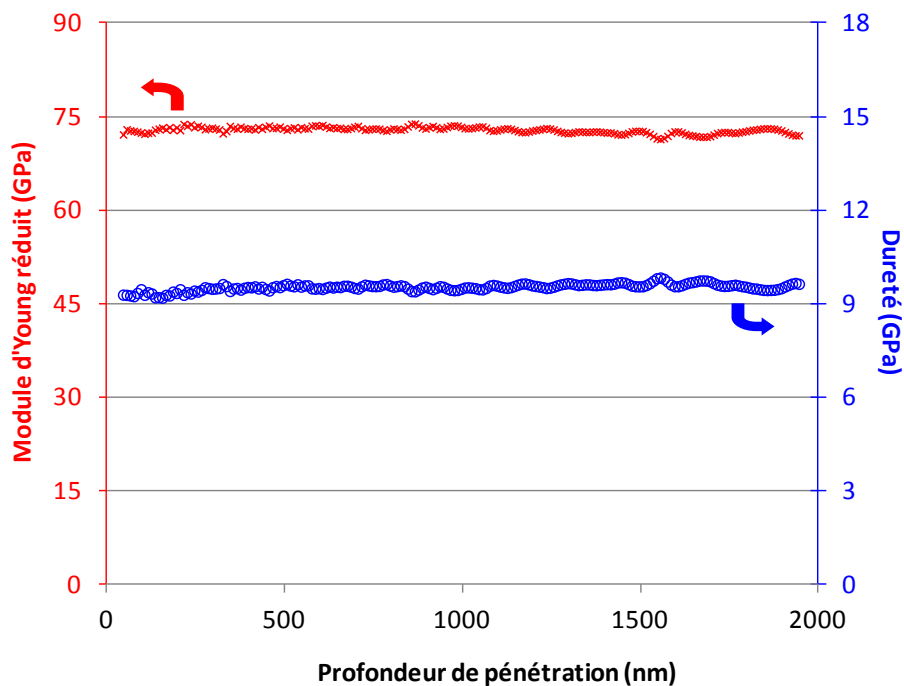


Figure IV-8 – Evolution du module d'Young et de la dureté de la Silice fondue en fonction de la profondeur de pénétration, avec la tête XP et un indenteur Berkovich.

Il est important de noter que cette méthode pour calibrer l'aire de contact ne prend pas en compte les effets de densification de la Silice fondue. Cela peut être une source d'erreur lors de l'extraction des propriétés mécaniques des matériaux à partir d'essais d'indentation [KERMOUCHE 2008] et [GADELRAH 2012].

Une série de 30 essais d'indentation par échantillon est effectuée, afin d'extraire une évolution moyenne des grandeurs expérimentales (force, déplacement et raideur de contact), ainsi que les écarts-types en chaque point de mesure. Les 50 premiers nanomètres d'indentation ne sont pas exploités pour l'extraction de propriétés mécaniques, étant donné que la fonction d'aire n'est pas correctement calibrée, à cause du défaut de pointe de l'indenteur et des effets de surface (rugosité, présence d'un oxyde natif ou d'une couche de contamination...).

### IV.1.2.2. Extraction du module d'Young du film d'Al(Cu)

Une série d'indentations est réalisée avec un indenteur Berkovich sur l'empilement Al(Cu)/SiO<sub>2</sub>/Si, selon le protocole présenté dans le paragraphe précédent. Le module d'Young réduit équivalent est ensuite calculé en fonction de la profondeur d'indentation à l'aide des équations présentées en § III.1.2.1., pour un substrat semi-infini. Les résultats obtenus pour les 3 échantillons A, B et C, sont donnés Figure IV-9. Le module d'Young réduit calculé n'est pas constant avec la profondeur de pénétration dans les 3 cas. Aussi, il est impossible d'extraire directement de ces résultats bruts une valeur de module d'Young pour le film mince d'Al(Cu). L'augmentation du module d'Young réduit est attribuée à l'influence des propriétés élastiques du substrat de Si et de l'oxyde thermique. Ainsi, afin d'extraire le module d'Young des films d'Al(Cu) correctement, le modèle multicouche élastique décrit dans le chapitre III (cf. § III.1.2.2) est utilisé avec le protocole itératif de caractérisation mécanique de chaque couche de l'empilement [MERCIER 2010]. La correction sur l'épaisseur des différents films minces est appliquée afin de prendre en compte le volume de matériau plastifié (cf. § III.1.2.2).

Le substrat de Silicium est donc caractérisé en premier sur une profondeur totale de 2µm, en suivant le protocole expérimental donné au § IV.1.2.1. La profondeur de contact est ici calculée à l'aide de la relation d'Oliver et Pharr (cf. Equation III-5), étant donné qu'aucun bourrelet n'est observé autour des indents réalisés dans le Silicium. Le module d'Young réduit est ensuite calculé à l'aide des équations présentées dans le § III.1.2.1, pour un substrat semi-infini. Son évolution en fonction de la profondeur d'indentation est donnée Figure IV-10. Un module d'Young réduit moyen de  $(183 \pm 3)$  GPa est calculé à partir de ces résultats expérimentaux. En prenant un coefficient de Poisson de 0,28 [BRANTLEY 1973], un module d'Young de  $(169 \pm 3)$  GPa est obtenu, en accord avec la valeur de 172 GPa donnée par [FISCHER-CRIPPS 2 2004].

Dans un second temps, la couche d'oxyde thermique est elle aussi caractérisée avec le même protocole expérimental que pour le Silicium, mais sur une profondeur totale de 500nm. La profondeur de contact est ici aussi calculée à l'aide de la relation d'Oliver et Pharr (cf. Equation III-5), étant donné qu'aucun bourrelet n'est observé autour des indents réalisés dans l'oxyde thermique. Puis, le module d'Young réduit équivalent est calculé à l'aide des équations données dans le § III.1.2.1, pour un substrat semi-infini. A partir de ce module d'Young réduit équivalent, le module d'Young réduit du film est extrait à l'aide du modèle élastique de Bec *et al.* [BEC 2006], en utilisant la valeur du module d'Young du Si déterminé précédemment. Leurs évolutions respectives sont tracées en fonction de la profondeur d'indentation Figure IV-11. Un module d'Young réduit moyen de 69 GPa pour le film d'oxyde thermique est calculé à partir de ces résultats expérimentaux. En prenant un coefficient de Poisson de 0,17 [BADIH 1994], un module d'Young de 67 GPa est obtenu, en accord avec les valeurs de 66 et 69 GPa données respectivement par [BADIH 1994] et [PETERSEN 1978]<sup>s</sup>.

---

<sup>s</sup> Valeur expérimentale obtenue par la mesure de la fréquence de résonance de poutres de différentes longueurs en Silicium recouvertes d'un oxyde thermique « sec » de Silicium.

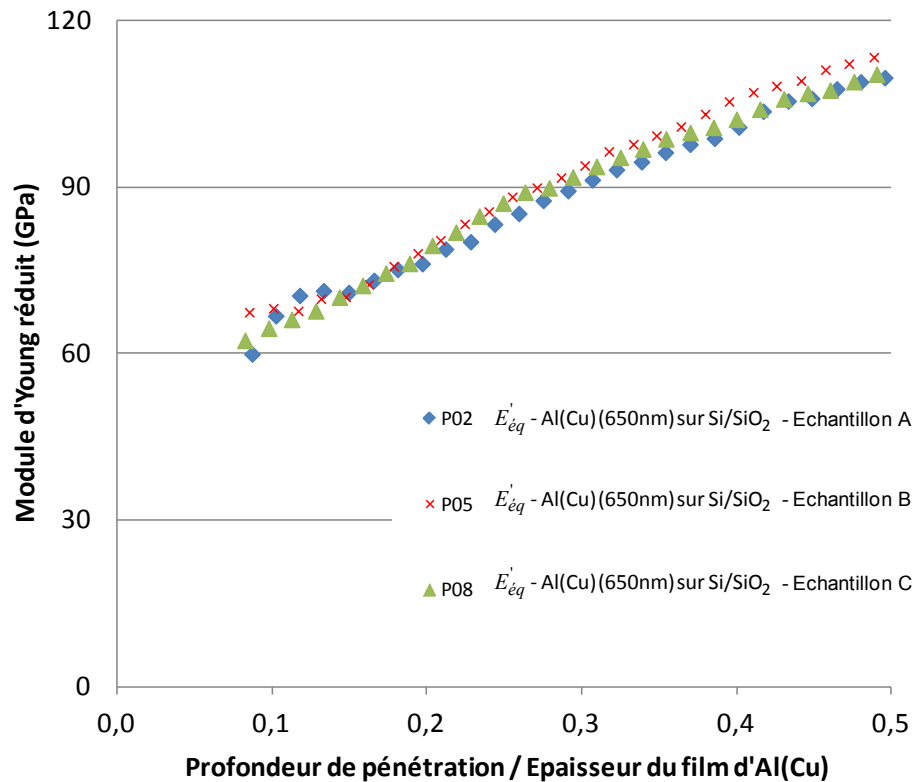


Figure IV-9 – Evolution des modules d'Young réduits équivalents dans le cas de l'empilement Al(Cu)/SiO<sub>2</sub>/Si pour les 3 échantillons A, B et C en fonction de la profondeur de pénétration sur l'épaisseur du film Al(Cu).

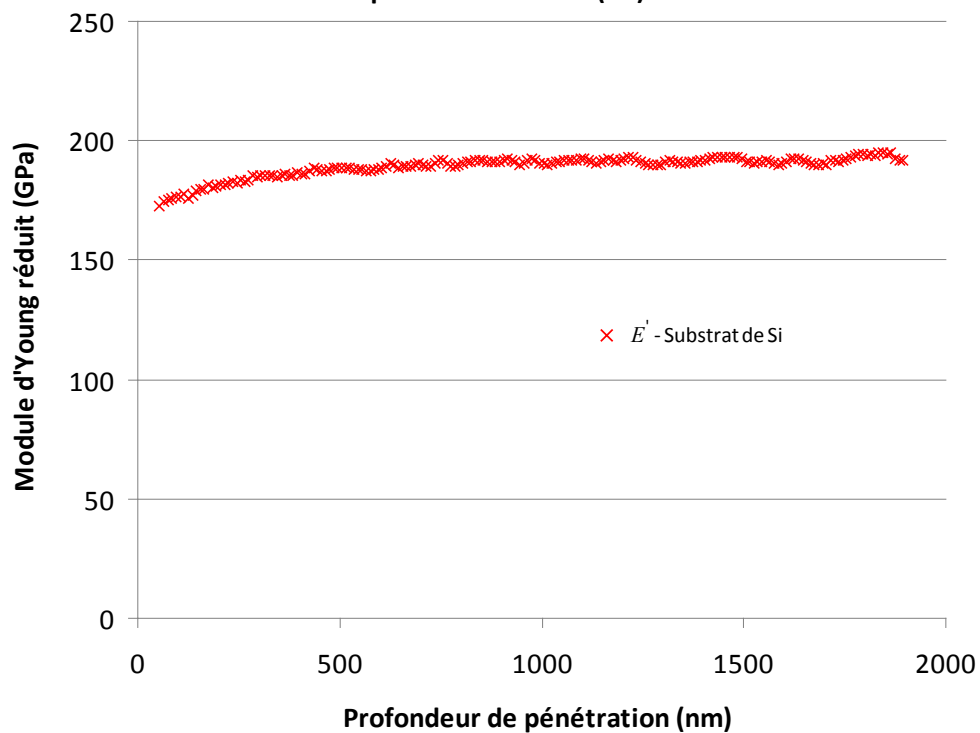


Figure IV-10 – Evolution du module d'Young réduit du substrat de Silicium en fonction de la profondeur de pénétration.

Enfin, les films d'Al(Cu) sont caractérisés en suivant le même protocole expérimental que celui utilisé pour le substrat de Si et le film d'oxyde thermique, mais sur une profondeur d'indentation de 650nm. La profondeur de contact est ici aussi calculée à l'aide de la relation de Loubet (cf. Equation III-6) et en prenant un coefficient  $\alpha$  de 1,2 [BUCAILLE 2003], étant donné que des bourrelets sont observés autour des indents réalisés dans l'Al(Cu) (cf. Figure IV-12). A partir du module d'Young réduit équivalent, calculé à l'aide des équations données § III.1.2.1, pour un substrat semi-infini, le module d'Young réduit du film d'Al(Cu) est extrait à l'aide du modèle élastique multicouche [MERCIER 2010]. L'équation III-22 est alors utilisée en injectant les épaisseurs et modules d'Young réduits mesurés pour chaque couche. Le résultat est donné (cf. Figure IV-13).

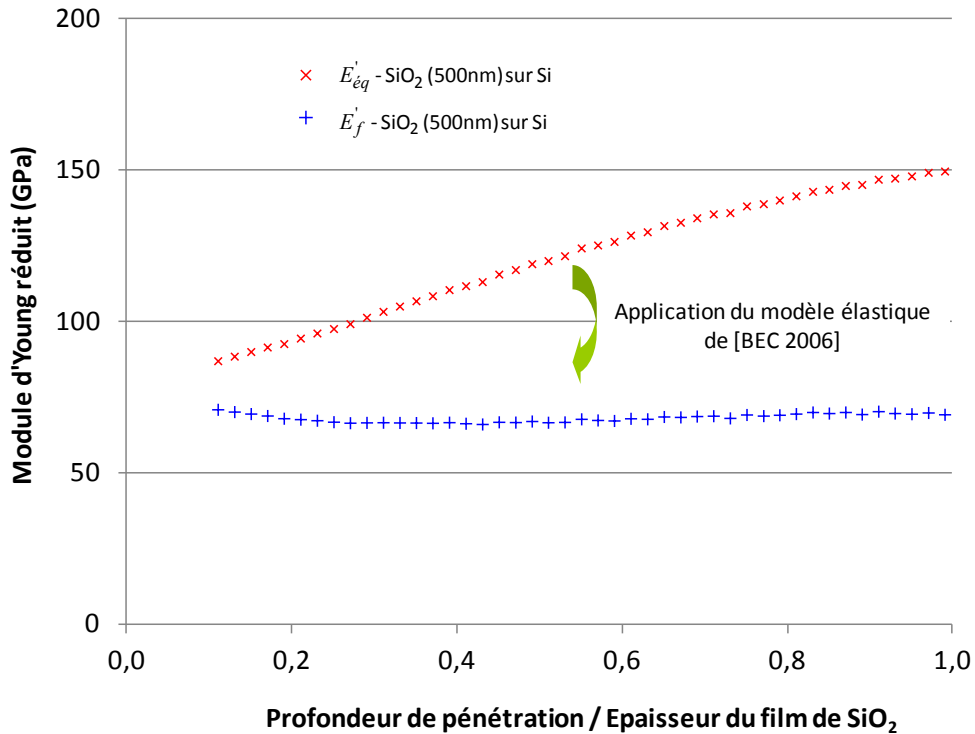


Figure IV-11 – Extraction du module d'Young réduit de l'oxyde thermique, en fonction de la profondeur de pénétration sur l'épaisseur du film mince.

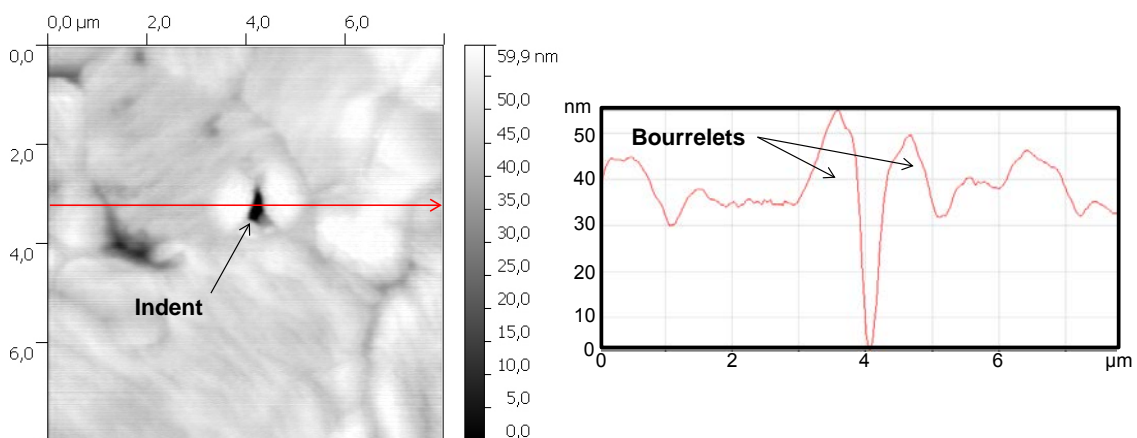


Figure IV-12 – Observation à l'AFM d'un indent réalisé avec un indenteur Berkovich profond de 100nm dans le film d'Al(Cu) de moyenne taille de grain.

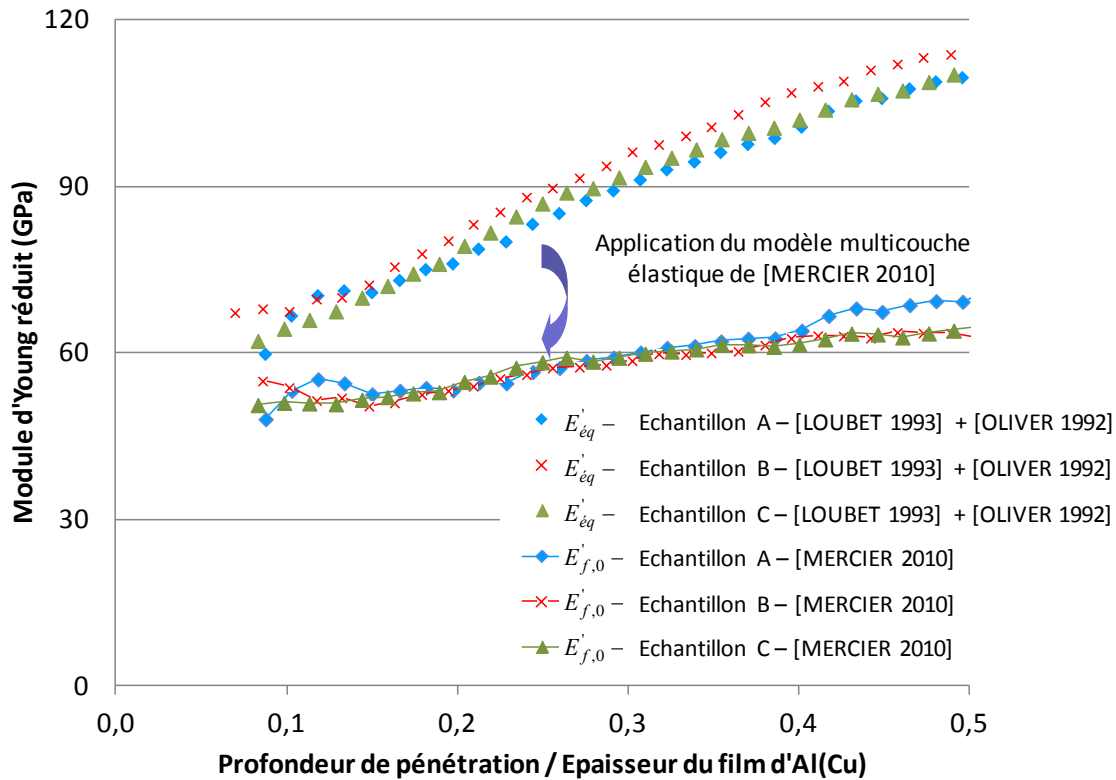


Figure IV-13 – Extraction des modules d'Young réduit  $E'_{eq}$  de chaque empilement et  $E'_{f,0}$  des films d'Al(Cu), en fonction de la profondeur de pénétration sur l'épaisseur du film mince, à l'aide du modèle de [MERCIER 2010].

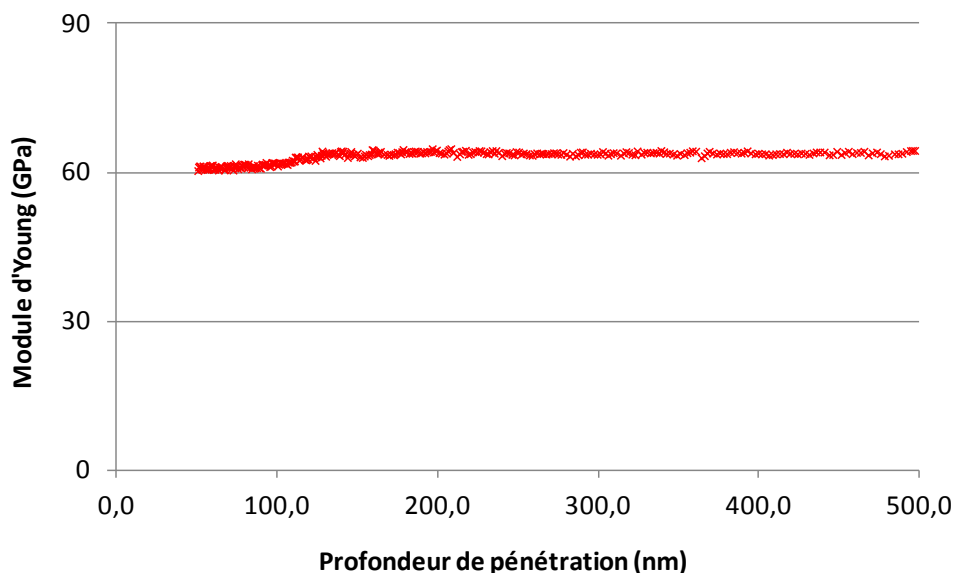


Figure IV-14 – Evolution du module d'Young réduit d'un échantillon massif d'Aluminium pur en fonction de la profondeur de pénétration.

Les valeurs moyennes des modules d'Young  $E'_{f,0}$  sont calculées entre  $0,1$  et  $0,5 h_t/t$ , pour chaque film d'Al(Cu), à partir de ces résultats expérimentaux, en prenant un coefficient de Poisson pour l'Al(Cu) de  $0,342$  [ZHAO 2 2000]. Les valeurs obtenues sont résumées dans le Tableau IV-5 et sont relativement proches des valeurs trouvées dans la littérature [READ 2002] et [ZHAO 2 2000].

Notons que ces valeurs de modules d'Young pour l'Al(Cu) sont plus faibles que le module d'Young de 64GPa calculé pour un échantillon massif d'Aluminium pur monocristallin (cf. Figure IV-14), à partir d'essais d'indentation réalisés selon le protocole donné § IV.1.2.1. Toutefois, ces valeurs sont dans la gamme de modules d'Young de 50 à 70GPa donnée par [\[LIM 1999\]](#), pour des films minces d'Aluminium pur polycristallins (avec une taille de grain d'environ 0,2µm), d'épaisseurs variant de 1 à 5µm, et déposés sur un substrat de saphir.

Après avoir déterminé les modules d'Young des différentes couches d'Al(Cu), l'étude suivante porte sur la caractérisation de la plasticité de ces films, avec la mesure de la dureté par indentation instrumentée.

	Module d'Young ( $E$ )	Module d'Young du film ( $E_{f,0}$ ) <a href="#">[BEC 2006]</a> ou <a href="#">[MERCIER 2010]</a>	Module d'Young du matériau ( $E_{mat}$ ) de la littérature	Coefficient de Poisson
Silicium	169GPa	-	(170-180)GPa <sup>1</sup>	0,22 <sup>2</sup> -0,28 <sup>1</sup>
Oxyde thermique	-	67GPa	66GPa <sup>3</sup> -69GPa <sup>4</sup>	0,17 <sup>3</sup>
Echantillon A « petite » taille de grain	-	53GPa	40GPa <sup>5</sup> -59GPa <sup>6</sup>	0,342 <sup>5</sup>
Echantillon B « moyenne » taille de grain	-	52GPa		
Echantillon C « grande » taille de grain	-	52GPa		
Tableau IV-5 – Tableau récapitulatif des valeurs des propriétés élastiques pour les différentes couches minces d'Al(Cu) et les couches sous-jacentes.				

<sup>1</sup>[\[FISCHER-CRIPPS 2 2004\]](#)

<sup>2</sup>[\[LEVY 2001\]](#)

<sup>3</sup>[\[BADIH 1994\]](#)

<sup>4</sup>[\[PETERSEN 1978\]](#)

<sup>5</sup>[\[READ 2002\]](#)<sup>t</sup>

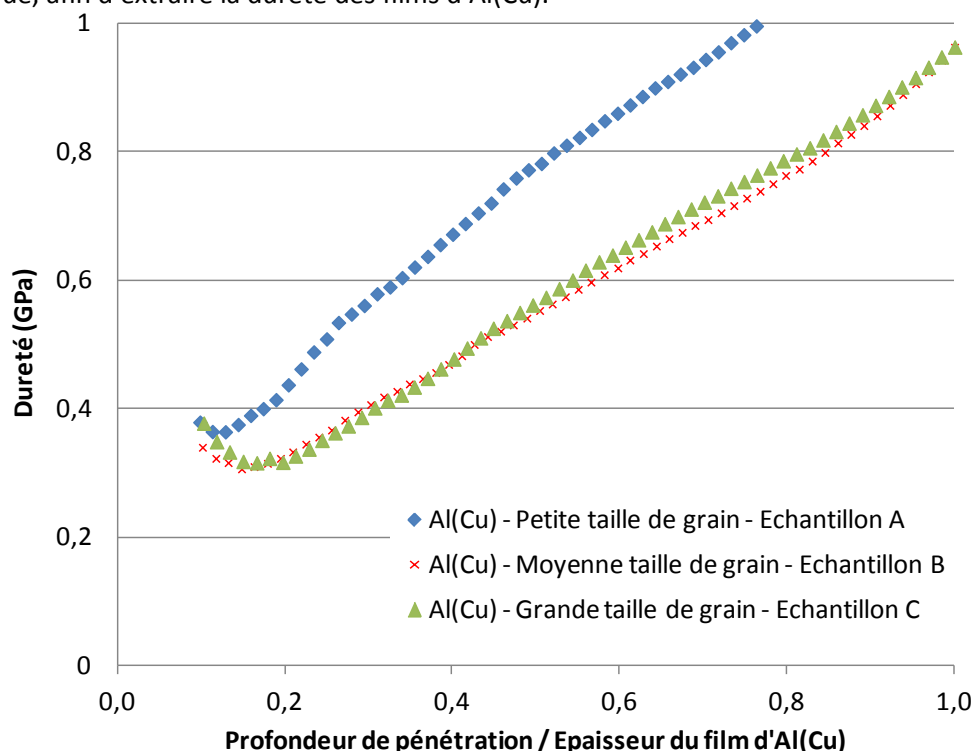
<sup>6</sup>[\[ZHAO 2 2000\]](#)

#### IV.1.2.3. Extraction de la dureté du film d'Al(Cu)

La caractérisation des propriétés plastiques des films d'Al(Cu) est effectuée à l'aide d'essais d'indentation réalisés avec un indenteur Berkovich (en utilisant le même protocole que celui décrit dans le précédent paragraphe), sur l'empilement Al(Cu)/SiO<sub>2</sub>/Si. La dureté est d'abord calculée en fonction de la profondeur d'indentation à l'aide de l'équation III-23 [\[OLIVER 1992\]](#), valable uniquement pour un substrat semi-infini. Le résultat alors obtenu pour l'échantillon B avec la moyenne taille de grain, est donné Figure IV-15. La dureté n'étant pas constante avec l'enfoncement, il n'est pas possible d'extraire correctement une valeur de dureté pour le film mince d'Al(Cu). De la même manière que pour les propriétés élastiques, l'augmentation de la dureté est attribuée à l'influence des propriétés plastiques du substrat de Silicium et de l'oxyde thermique. Notons que l'élévation brutale de la dureté se produit à partir d'une profondeur de

<sup>t</sup> Les valeurs sont obtenues à partir d'essais de traction réalisés dans un MEB. Le type et les conditions de dépôt ne sont toutefois pas précisés.

pénétration voisine de 20% de l'épaisseur du film d'Al(Cu). Ainsi, de la même manière que pour le module d'Young, il est possible d'appliquer un modèle multicouche mais cette fois-ci plastique, en ayant déterminé au préalable les duretés respectives du substrat de Silicium et de l'oxyde thermique, afin d'extraire la dureté des films d'Al(Cu).

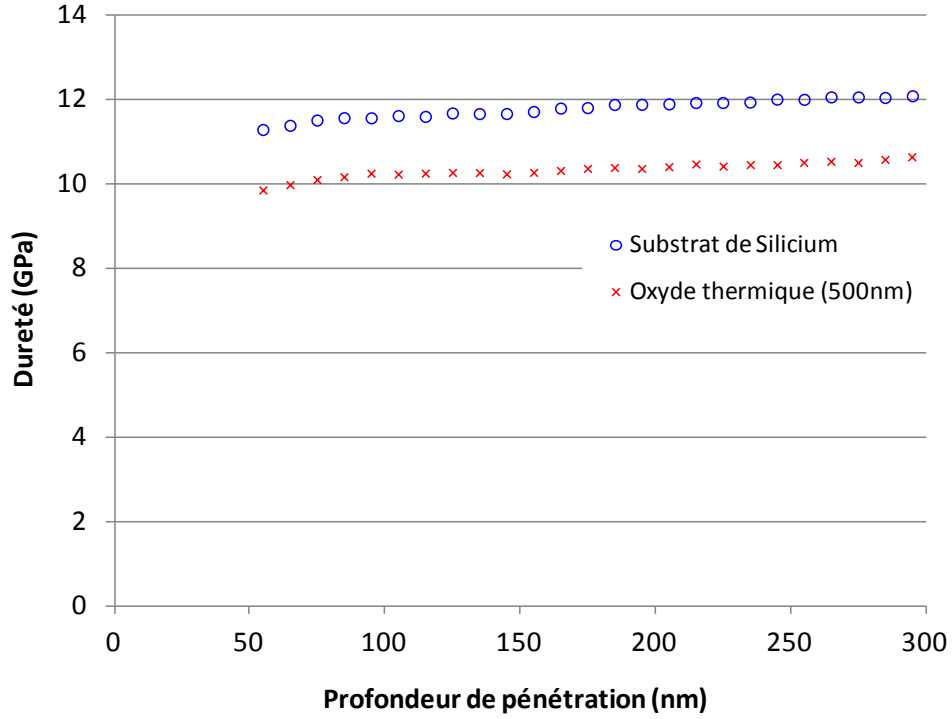


**Figure IV-15 – Evolution de la dureté des films d'Al(Cu) en fonction de la profondeur de pénétration sur l'épaisseur du film.**

Les duretés du substrat de Silicium et de l'oxyde thermique sont alors calculées à l'aide de l'équation III-23 [OLIVER 1992], à partir des résultats des essais d'indentations réalisés avec un indenteur Berkovich présentés dans le paragraphe précédent. Une dureté moyenne de 11,7GPa est calculée pour le substrat de Si sur une profondeur d'indentation de 300nm (cf. Figure IV-16). Cette valeur expérimentale est en accord avec les valeurs de 10 à 12GPa de la littérature [FISCHER-CRIPPS 2 2004]. Concernant l'oxyde thermique, une dureté moyenne de 10,3GPa est calculée sur une profondeur d'indentation de 300nm (cf. Figure IV-16). Cette valeur expérimentale est en accord avec les valeurs de 8 à 10GPa trouvées dans la littérature [HELVACI 2005] et [LI 2009]. Notons qu'il est possible d'utiliser l'équation III-23 pour la couche d'oxyde thermique, compte tenu de la faible influence du substrat de Silicium et étant donné que les valeurs de dureté respectives sont relativement proches.

Une fois les duretés du substrat de Silicium et de l'oxyde thermique calculées, une méthode inspirée des travaux de [JOSLIN 1990] et [HAN 2006] est appliquée aux résultats expérimentaux. Joslin et Oliver proposent de fusionner l'équation III-23 de la dureté avec l'équation III-7 du module d'Young, ce qui permet de s'affranchir du calcul de l'aire de contact. Ainsi, il est possible d'extraire une valeur de dureté, si l'on connaît le module d'Young du matériau que l'on caractérise par indentation. Cependant, la méthode de Joslin et Oliver n'est valable que pour des matériaux massifs ou des empilements de matériaux ayant des propriétés élastiques similaires. C'est pourquoi, Han *et al.* ont développé une extension du modèle de Joslin et Oliver, pour un système film mince/substrat, avec des propriétés élastiques différentes. Le modèle de Han *et al.* a été validé avec des empilements Al/Si, Al/saphir, W/Si et W/saphir. Les modules

d'Young des couches minces ont été calculés à partir du modèle élastique film-substrat de Saha et Nix [\[SAHA 2002\]](#), puis injectés dans le calcul de la dureté pour chaque film mince.



**Figure IV-16 – Evolution de la dureté du substrat de Silicium et de l'oxyde thermique en fonction de la profondeur de pénétration.**

Or dans notre cas, nous avons un empilement de 2 couches minces (Al(Cu) et SiO<sub>2</sub>) sur un substrat de Si. Nous proposons donc d'utiliser le module d'Young réduit  $E'_{f,0}$  des films d'Al(Cu) calculés à partir du modèle élastique multicouche de [\[MERCIER 2010\]](#), afin d'extraire les duretés  $H_f$  des films d'Al(Cu). Cette solution fait donc appel aux méthodes de [\[HAN 2006\]](#) et [\[MERCIER 2010\]](#) et s'exprime à l'aide du jeu d'équations suivant :

$$H_f = \beta^2 \frac{4 F_c}{\pi S^2} (E'_{H-M})^2 \quad \text{IV-1}$$

$$E'_{H-M} = \left( \frac{1}{E'_{f,0}} + \frac{1}{E'_{ind}} \right)^{-1} \quad \text{IV-2}$$

avec  $E'_{H-M}$  le module d'Young réduit prenant en compte les contributions élastiques de l'indenteur et du film mince. La dureté  $H_f$  en fonction de la profondeur de pénétration est alors calculée pour chaque film d'Al(Cu), à l'aide des équations IV-1 et IV-2, en utilisant l'évolution du module d'Young réduit  $E'_{f,0}$  obtenue au § IV.1.2.2, et est donnée Figure IV-17. La dureté est relativement constante pour des enfoncements compris entre 10 et 50% de l'épaisseur des films d'Al(Cu), ce qui permet d'extraire des valeurs de duretés moyennes pour les films d'Al(Cu), reportées dans le Tableau IV-6.



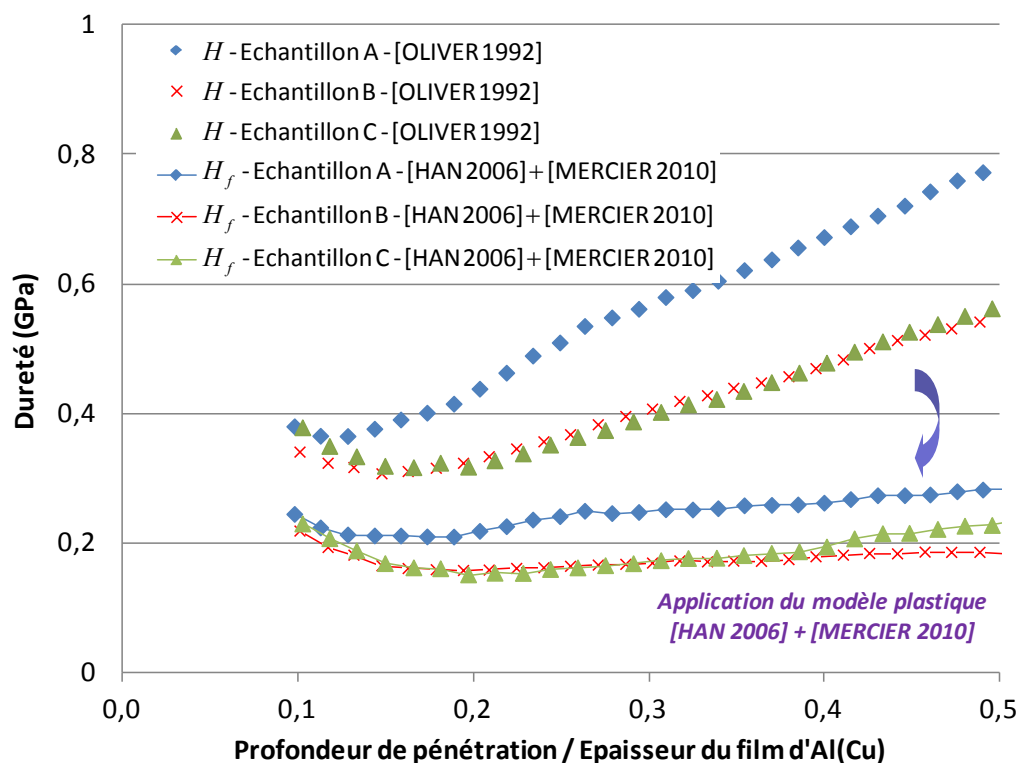


Figure IV-17 – Evolution des duretés équivalentes de chaque film d'Al(Cu) avec le modèle de [\[OLIVER 1992\]](#), puis avec la combinaison des modèles de [\[HAN 2006\]](#) et [\[MERCIER 2010\]](#), en fonction de la profondeur de pénétration sur l'épaisseur du film.

	Dureté moyenne du matériau ( $H$ ) <a href="#">[OLIVER 1992]</a>	Dureté moyenne du film mince ( $H_f$ ) <a href="#">[HAN 2006]</a> + <a href="#">[MERCIER 2010]</a>	Dureté du matériau dans la littérature
Silicium	11,7GPa	-	(10 – 12)GPa <sup>1</sup>
Oxyde thermique	10,3GPa	-	(8-10)GPa <sup>2,3</sup>
Echantillon A « Petite » taille de grain	-	0,25GPa	≈(0,17-0,2)GPa <sup>4</sup>
Echantillon B « Moyenne » taille de grain	-	0,19GPa	
Echantillon C « Grande » taille de grain	-	0,19GPa	
Tableau IV-6 – Tableau récapitulatif des valeurs de duretés calculées pour les différentes couches minces d'Al(Cu) et les couches sous-jacentes.			

<sup>1</sup>[\[FISCHER-CRIPPS 2 2004\]](#)

<sup>2</sup>[\[HELVACI 2005\]](#)

<sup>3</sup>[\[LI 2009\]](#)

<sup>4</sup>[\[READ 2002\]](#)<sup>u</sup>

Les valeurs comprises entre 0,19 (tailles de grain de 4,5 et 5,8 $\mu$ m) et 0,25GPa (taille de grain de 1,2 $\mu$ m) sont en accord avec les valeurs de 0,17-0,2GPa trouvées dans la littérature pour des

<sup>u</sup> Les valeurs de dureté obtenues par [\[READ 2002\]](#), sont calculées en multipliant par 3 des valeurs expérimentales de limites élastiques obtenues à partir d'essais de traction réalisés dans un MEB (relation de Tabor - cf. § II.2.2). Le type et les conditions de dépôt ne sont toutefois pas précisés.

films d'Al(Cu) de composition identique, avec une taille de grain  $2,75\mu\text{m}$  [READ 2002]. La dureté des films d'Al(Cu) ayant été déterminée, la prochaine section se consacre à l'influence des contraintes résiduelles lors d'un essai d'indentation, puis cette première partie se termine avec une étude de l'écrouissage des films d'Al(Cu).

Il est important de souligner que la présence de contraintes résiduelles dans un film mince impacte l'extraction du module d'Young et de la dureté en indentation [TSUI 1996], [BOLSHAKOV 1996], [LEE 2003], [LEE 2004], et [HUBER 2008] (cf. [Annexe – F](#)). Or, les méthodes existantes pour s'affranchir de ces contraintes résiduelles requièrent le plus souvent un échantillon référence ayant la même microstructure, mais en l'absence totale de contraintes résiduelles. Malheureusement, cela n'est pas applicable dans notre cas, et l'effet des contraintes résiduelles ne peut pas être corrigé. Il est seulement possible de supposer que les valeurs de forces mesurées et les aires de contact calculées, lors des essais d'indentations réalisés sur les films d'Al(Cu), sont sous-estimées, d'après les résultats trouvés dans la littérature. Cela aurait alors pour conséquence une sous-évaluation des valeurs de modules d'Young et de duretés trouvées pour les films d'Al(Cu).

### IV.1.3 Loi d'écrouissage

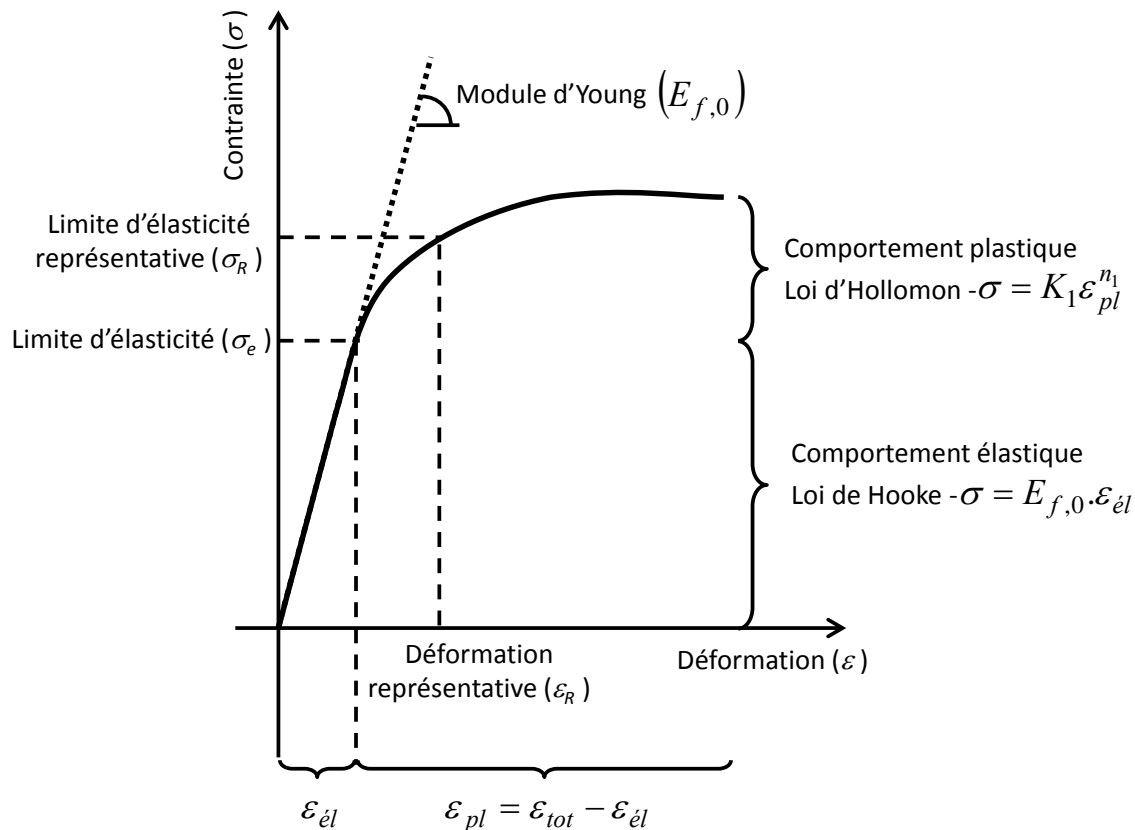
L'objectif de cette partie est de valider une loi d'écrouissage simple, utilisant les propriétés mécaniques issues des essais d'indentations réalisés avec l'indenteur Berkovich (cf. § IV.1.2), afin de décrire le comportement élastoplastique macroscopique du film mince d'Al(Cu). Pour cela, une méthode inverse d'analyse de courbes force-profondeur de pénétration obtenues lors d'essais d'indentation sur le film d'Al(Cu) est développée, faisant appel à des simulations par calculs en éléments finis.

#### IV.1.3.1. Méthode inverse d'analyse de courbes force-déplacement

Parmi les premiers auteurs à avoir développé des méthodes inverses d'analyse, Dao *et al.* ont développé une méthode qui, à partir d'une courbe force-profondeur de pénétration obtenue avec un indenteur conique ou pyramidal, permet d'identifier la limite d'élasticité et le coefficient d'écrouissage d'un matériau suivant une loi d'écrouissage de type Hollomon [DAO 2001]. À l'aide de modélisations par la méthode des éléments finis, Dao *et al.* définissent des fonctions adimensionnelles reliant la courbure de la courbe de charge d'indentation, au module d'Young et à la contrainte dans le matériau pour une déformation donnée. Cette déformation, appelée déformation représentative, est fonction de la géométrie de l'indenteur. Ainsi, à chaque géométrie d'indenteur est associée une déformation représentative, encore appelé déformation d'indentation, pour laquelle les fonctions de Dao *et al.* sont indépendantes de l'exposant d'écrouissage (cf. § II.2.2). Un point sur la courbe contrainte-déformation est alors déterminé et connaissant le module d'Young et la forme de la loi d'écrouissage, il est possible d'identifier une loi de comportement du matériau. Cependant, il n'y a pas unicité de la solution, car en un seul point passe une infinité de courbes. Ainsi, plusieurs couples de valeurs pour la limite d'élasticité et le coefficient d'écrouissage peuvent être solutions. De nombreux auteurs ont alors proposé une solution à ce problème, comme par exemple [CHOLLACOOP 2003] ou [BUCAILLE 2003], lesquels préconisent d'utiliser deux indenteurs coniques d'angles différents, afin d'avoir deux points sur la courbe contrainte-déformation.

Ce problème de non unicité de la solution en indentation lorsqu'un unique indenteur conique ou pyramidal est utilisé, a été démontré par [CHENG 2004]. Mais [CHENG 2004] prouve également que l'indentation sphérique n'est pas concernée par ce problème d'unicité. Ainsi, certains auteurs tels que [BEGHINI 2006] ou [COLLIN 2007], déterminent les paramètres de lois

d'écrouissage par un test d'indentation sphérique, en utilisant une méthode inverse. Toutefois, selon [COLLIN 2007], l'affirmation de [CHENG 2004] concernant l'unicité en indentation sphérique n'est valable que pour la loi d'écrouissage de type Hollomon, car pour des lois de comportement avec un plus grand nombre de paramètres (*i.e.* Ludwick, Voce...), il n'y a pas unicité de la solution avec l'utilisation d'un unique indenteur sphérique. En effet, pour la loi d'écrouissage de type Hollomon, seulement deux paramètres indépendants sont à ajuster, à savoir le coefficient d'écrouissage et la limite d'élasticité, ce qui est en accord avec les conclusions données par [CHENG 2004], à l'aide du PI-théorème.



**Figure IV-18 – Schématisation de la courbe contrainte-déformation utilisée pour modéliser le comportement élastoplastique du film d'Al(Cu).**

Ainsi, la méthode utilisée dans la suite de ce travail est basée sur l'inversion de la courbe force-profondeur de pénétration obtenue en indentation sphérique, avec la loi d'écrouissage isotrope de type Hollomon pour la description du comportement élastoplastique du film mince d'Al(Cu) (cf. Figure IV-18). La loi de type Hollomon est détaillée dans le chapitre II (cf. § II.1.2.3 – Equation II-7) [HOLLOMON 1945]. Par ailleurs, un point de la courbe contrainte-déformation  $\sigma = f(\varepsilon)$  est déterminé à partir de la mesure de la dureté du film d'Al(Cu), lors des essais d'indentations Berkovich (cf. Figure IV-18). En effet, à partir de la relation de Tabor, il est possible d'évaluer une limite d'élasticité représentative  $\sigma_R$  égale environ au tiers<sup>v</sup> de la dureté  $H_f$  de l'Al(Cu) (cf. Tableau IV-6). Cette limite d'élasticité représentative correspond à une déformation représentative  $\varepsilon_R$  d'environ 0,07 dans le cas de l'indentation Berkovich, en prenant un angle équivalent de 70,32°, dans l'équation II-60.

<sup>v</sup> Plus exactement, la dureté est égale à 2,8 fois la limite d'élasticité représentative en indentation conique selon [JOHNSON 1987].

En s'inspirant des travaux de [ANTUNES 2007], un algorithme d'analyse inverse est élaboré pour déterminer le coefficient d'écrouissage et la limite d'élasticité de l'Al(Cu). Le processus des différentes étapes est schématisé Figure IV-19. A partir de la courbe moyenne force-profondeur de pénétration  $F_{c,exp} = (h_{exp})$  obtenue expérimentalement lors des essais d'indentation sphérique, et des valeurs de module d'Young du film d'Al(Cu) et des couches sous-jacentes, des simulations par la méthode des éléments finis sont réalisées. La simulation est conduite en faisant varier les paramètres de la loi d'écrouissage d'Hollomon, jusqu'à ce qu'une courbe force-profondeur de pénétration  $F_{c,sim} = (h_{sim})$  obtenue à l'aide des simulations corresponde à la courbe expérimentale. La méthode des moindres carrés est utilisée, afin de minimiser l'écart entre les courbes expérimentales et numériques.

Le coefficient d'écrouissage<sup>w</sup>, compris entre 0 et 1, est fixé dans un premier temps à 0,5 puis évolue selon la méthode de dichotomie. Le coefficient  $K_1$  est ensuite exprimé en fonction de la limite d'élasticité  $\sigma_e$  et du module d'Young  $E_{f,0}^{n_1}$  de l'Al(Cu) pour obtenir la continuité avec la relation de Hooke (cf. Equation IV-3). Puis en remplaçant la contrainte  $\sigma$  et la déformation  $\varepsilon$  dans la relation d'Hollomon, respectivement par les valeurs de contrainte et de déformation représentatives ( $\sigma_R$  et  $\varepsilon_R$ ) obtenues en indentation Berkovich, il est possible de déterminer une limite d'élasticité  $\sigma_e$  du matériau (cf. Equation IV-4), fonction du coefficient d'écrouissage fixé auparavant.

$$K_1 = \sigma_e^{1-n_1} E_{f,0}^{n_1} \quad \text{IV-3}$$

$$\sigma_e = \left( \frac{\sigma_R}{\left( E_{f,0}^{n_1} \cdot \varepsilon_R^{n_1} \right)} \right)^{\frac{1}{1-n_1}} \quad \text{IV-4}$$

#### IV.1.3.2. Détermination des paramètres d'écrouissage

Une série d'essais d'indentation est réalisée avec la tête XP et avec un indenteur cono-sphérique de rayon 0,45µm et de demi-angle au sommet 60° (cf. Figure III-5-a), sur les trois différents échantillons d'Al(Cu) (cf. Figure IV-1). 64 essais d'indentation sont effectués avec un chargement monotone (sans le mode CSM), jusqu'à une profondeur de pénétration maximale de 400nm (soit 60% de l'épaisseur du film d'Al(Cu)) et à une vitesse de déformation constante de 0,05/s. Les résultats de ces essais permettent d'obtenir une courbe force-profondeur de pénétration moyenne.

Les simulations en éléments finis sont réalisées à partir du logiciel commercial ABAQUS, avec l'interface ABAQUS/CAE et le solveur Standard & Explicit. Du fait de la géométrie du problème, le calcul numérique est réalisé en mode axisymétrique (cf. Figure IV-20). L'indenteur est modélisé comme un solide rigide indéformable. L'empilement est ensuite modélisé en respectant les épaisseurs de chaque film mince, mais la présence d'un oxyde natif et la rugosité à la surface du film d'Al(Cu) sont négligées. L'épaisseur du substrat de Silicium et la largeur de l'empilement sont fixées à vingt-cinq fois le rayon de contact plastique maximal  $a_{p,max}$  évalué géométriquement (cf. Equation IV-5), afin d'éviter les effets de bords, soit environ une longueur de 11,5µm. Le calcul du rayon de contact plastique est donné selon la profondeur de contact  $h_c$ , à l'aide de la relation géométrique suivante :

<sup>w</sup>En pratique, le coefficient d'écrouissage de la plupart des métaux est compris entre 0,05 et 0,5.

$$a_{p,\max} = \sqrt{2Rh_c - h_c^2}$$

IV-5

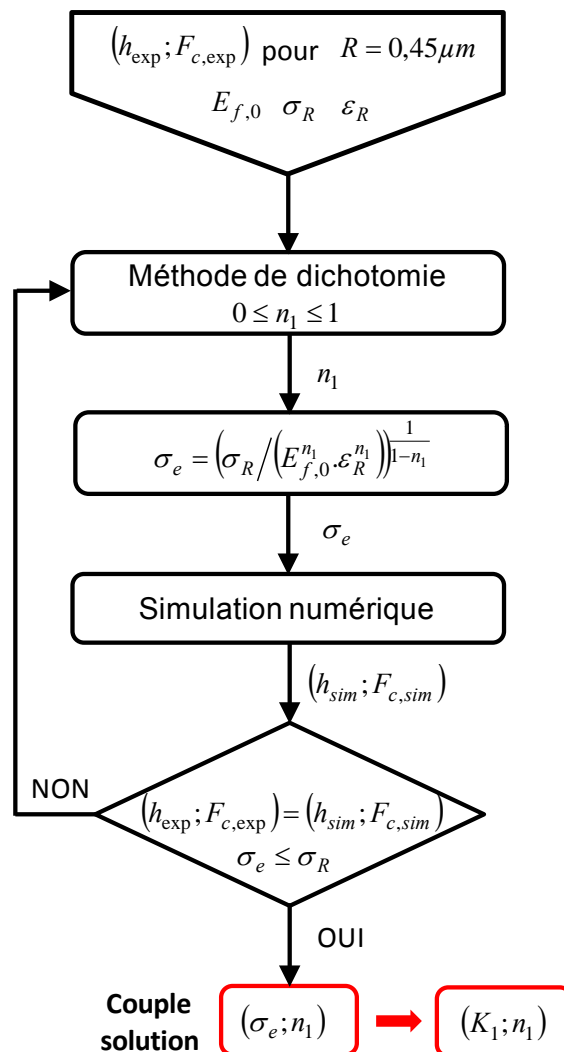


Figure IV-19 – Algorithme d’analyse inverse utilisé lors des simulations numériques pour déterminer les paramètres  $K_1$  et  $n_1$  de la loi d’écrouissage isotrope d’Hollomon.

Concernant les conditions limites sur le champ de déplacement, l’empilement est bloqué selon la direction radiale  $x$  au niveau de l’axe de rotation de l’indenteur et selon les directions radiale  $x$  et verticale  $z$  au niveau du substrat de Silicium. Le contact entre l’indenteur et le film d’Al(Cu) est défini à partir d’une relation de pression de contact-interférence de type « dure ». Dans ce cas précis, aucune pénétration entre les surfaces n’est autorisée et ces dernières ne transmettent aucune pression de contact, à moins que les nœuds de la surface esclave ne soient en contact avec les nœuds de la surface maître. Le contact entre l’indenteur et le film d’Al(Cu) est défini à partir d’une relation de pression de contact-interférence de type « dure », autrement dit les surfaces ne transmettent aucune pression de contact à moins que les nœuds de la surface esclave ne soient en contact avec les nœuds de la surface maître et qu’aucune pénétration entre les surfaces ne soit autorisée. La surface de l’indenteur joue le rôle de la surface maître et celle du film d’Al(Cu) le rôle de la surface esclave. De plus, le contact est considéré comme étant sans friction (cf. § II.2.4). L’interface entre le film d’Al(Cu) et l’oxyde thermique est considérée comme parfaite (pas de délamination autorisée). Le maillage utilisé pour réaliser cette simulation numérique est donné Figure IV-21. Les éléments sont des triangles de type CAX6M composés de 6

nœuds avec une interpolation quadratique. Les éléments ont une dimension (coté du triangle) moyenne de 60nm dans la zone de contact.

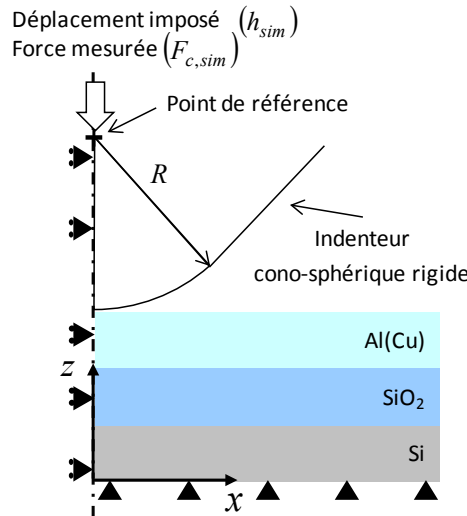


Figure IV-20 – Schématisation de la modélisation par simulation en éléments finis de l'essai d'indentation sphérique sur l'empilement Al(Cu)/SiO<sub>2</sub>/Si.

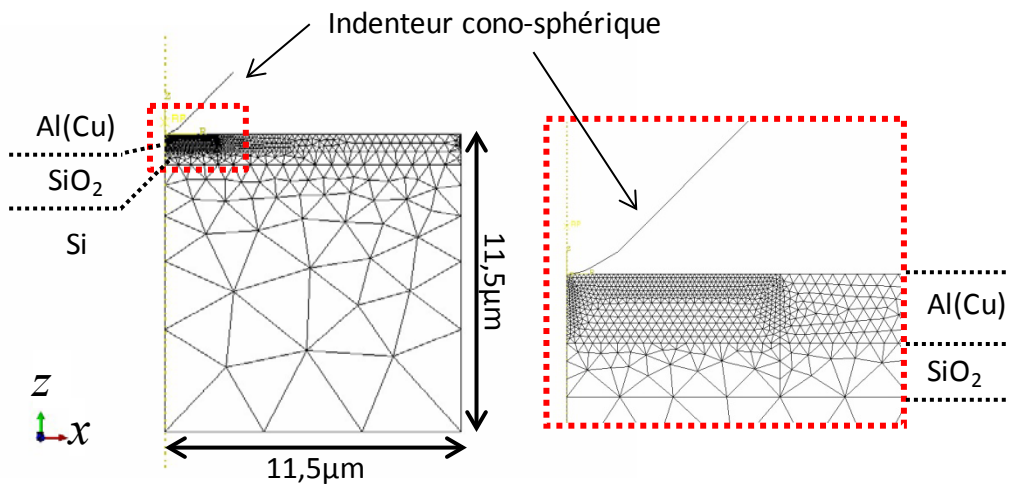
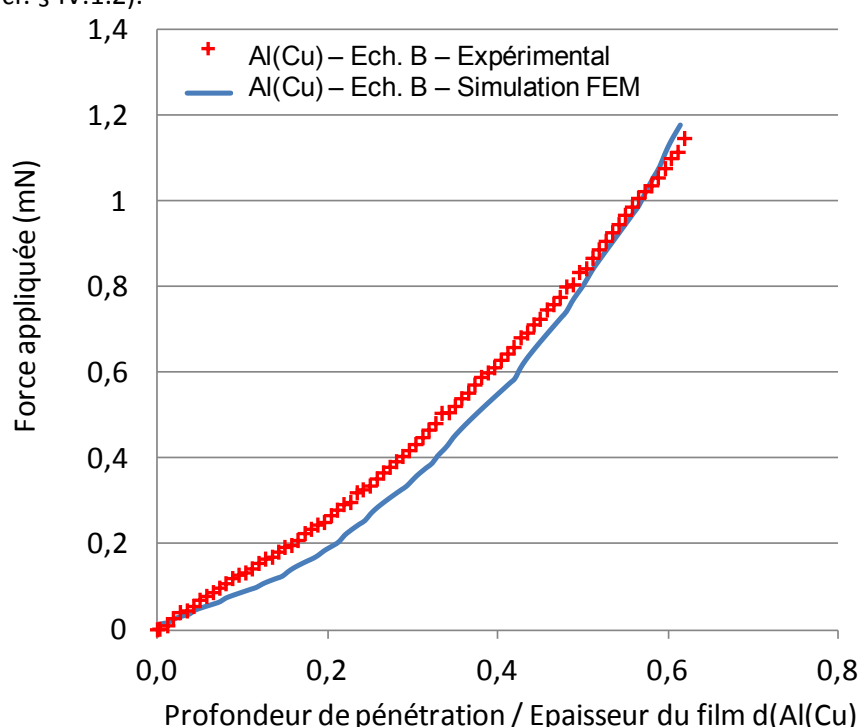


Figure IV-21 – Maillage utilisé pour la modélisation de l'essai d'indentation avec l'empilement Al(Cu)/SiO<sub>2</sub>/Si.

Les propriétés mécaniques des matériaux utilisés pour les simulations sont issus des essais d'indentation Berkovich décrits dans le § IV.1.2 (cf. Tableau IV-5 pour les propriétés élastiques et Tableau IV-6 pour les propriétés plastiques). Le substrat de Silicium et la couche d'oxyde thermique sont supposés être isotropes et se déformant uniquement dans le régime élastique. Les films d'Al(Cu) sont également supposés isotropes étant donné un coefficient d'anisotropie élastique faible pour l'Aluminium de 1,22 (cf. § II.1.1.3) et l'écrouissage est décrit selon une loi de type Hollomon (cf. Figure IV-18). Les paramètres de la loi d'écrouissage  $K_1$  et  $n_1$  sont déterminés à l'aide des relations IV-3 et IV-4, à partir des valeurs de limite élastique représentative et de déformation représentative, elles-mêmes obtenues à partir des valeurs de duretés données Tableau IV-6. Les grandeurs extraites du fichier résultat sont le déplacement  $h_{sim}$  du point de référence de l'indenteur (cf. Figure IV-20) et la force de réaction  $F_{c,sim}$  sur la surface du film d'Al(Cu). Ces valeurs de force-déplacement sont ensuite confrontées aux valeurs expérimentales selon l'algorithme d'analyse inverse décrit précédemment, et lorsque l'écart est minimisé, les

valeurs  $K_1$  et  $n_1$  sont conservées et données comme jeu de solution pour décrire l'écrouissage des films d'Al(Cu).

Un exemple de courbes force-déplacement obtenues après optimisation dans le cas de l'échantillon d'Al(Cu) avec la taille de grain moyenne est donné Figure IV-22 et l'ensemble des paramètres d'écrouissage pour les trois échantillons d'Al(Cu) est résumé Tableau IV-7. L'écart observé entre la courbe expérimentale et la courbe numérique Figure IV-22, peut être expliqué par la non prise en compte dans la simulation numérique des imperfections de l'indenteur cono-sphérique (incertitude sur le rayon, évolution du rayon de courbure, etc.) et des paliers observés expérimentalement lors du chargement sur les courbes force-déplacement. Un coefficient d'écrouissage de 0,09 est déterminé pour les trois échantillons d'Al(Cu), ce qui confirme la formation d'un bourrelet autour de l'indent, comme l'expliquent [\[BEGHINI 2006\]](#) et [\[BOLSHAKOV 1998\]](#) et donc justifie l'utilisation du modèle de Loubet *et al.*, dans le calcul de la profondeur de pénétration (cf. § IV.1.2).



**Figure IV-22 – Comparaison des courbes force-déplacement obtenues expérimentalement en indentation sphérique et numériquement sur l'empilement Al(Cu)/SiO<sub>2</sub>/Si.**

Enfin, des valeurs de limite d'élasticité de 46MPa et 62MPa sont évaluées respectivement pour les échantillons à grande taille de grain (Echantillon B et C) et petite taille de grain (Echantillon A), ce qui coïncide avec les valeurs de limite d'élasticité comprises entre 58 et 65MPa mesurées lors d'essais de traction par [\[READ 2002\]](#) sur des échantillons d'Al(Cu) avec une taille de grain de 2,75 $\mu$ m. Les valeurs de limite élastique pour les films d'Al(Cu) sont ensuite tracées respectivement en fonction de l'inverse de la racine carrée des tailles de grain (cf. Figure IV-23). Il est possible de réaliser une régression linéaire à l'aide de la relation de Hall-Petch (cf. Equation II-14). Cette relation linéaire permet de prédire la limite élastique d'un échantillon d'Al(Cu) en fonction de sa taille de grain, ainsi que de déterminer la limite élastique théorique du monocristal. Dans notre cas, une constante de Hall-Petch ( $K_{HP}$ ) de 1,06nm<sup>-1/2</sup> et une limite d'élasticité de 31MPa pour le monocristal d'Al(Cu) sont évaluées à partir de la régression linéaire.

Les films minces d'Al(Cu) PVD ont été caractérisés morphologiquement et mécaniquement dans cette première partie. Des valeurs de modules d'Young d'environ 52GPa et

des duretés, fonction de la taille de grain, comprises entre 0,19 et 0,25GPa ont été extraites des résultats d'essais d'indentation Berkovich à l'aide de différents modèles analytiques. Enfin, le comportement plastique de ces films d'Al(Cu) modélisé à l'aide d'une loi d'écrouissage de type Hollomon, est validé au travers de simulations numériques. La prochaine étape de ce chapitre sur la caractérisation mécanique des matériaux de contact est la caractérisation du microinsert de Nickel.

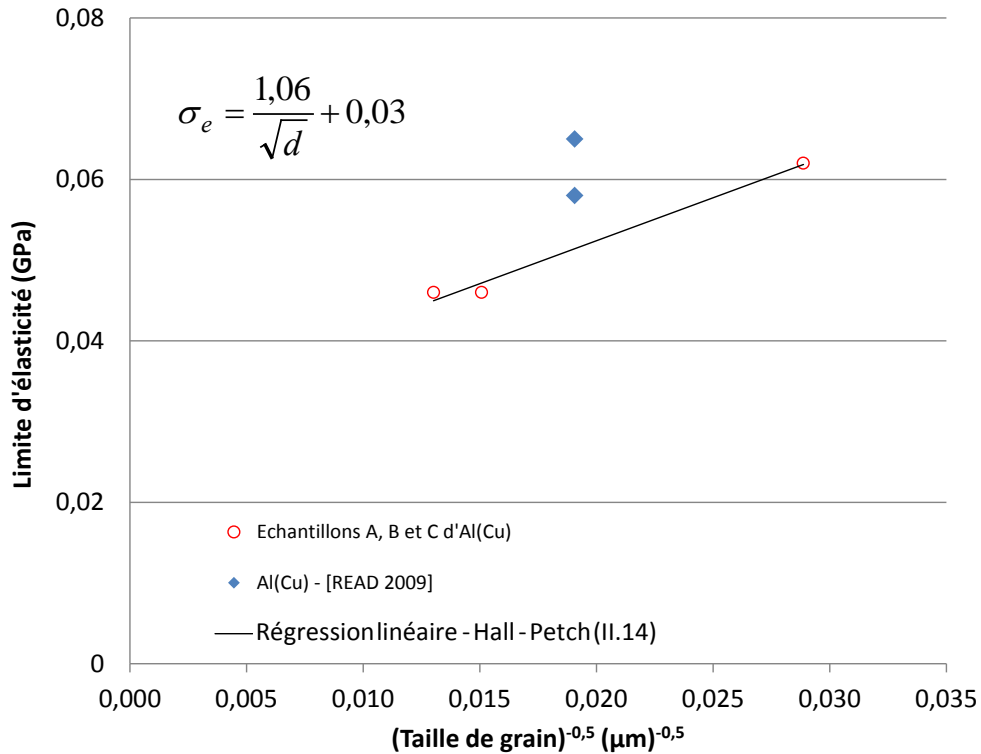


Figure IV-23 – Limites d'élasticité en fonction de l'inverse de la racine carrée des tailles de grain des films d'Al(Cu). La régression linéaire correspond à la relation de Hall-Petch ajustée aux valeurs expérimentales obtenues.

	$\sigma_e$	$K_1$	$n_1$
Echantillon A d'Al(Cu) – « Petite » taille de grain	62MPa	0,11GPa	0,09
Echantillon B d'Al(Cu) – « Moyenne » taille de grain	46MPa	0,09GPa	0,09
Echantillon C d'Al(Cu) – « Grande » taille de grain	46MPa	0,09GPa	0,09

Tableau IV-7 – Tableau récapitulatif des valeurs des paramètres d'écrouissage obtenues lors des simulations numériques pour les trois échantillons d'Al(Cu).

## IV.2. Microinsert de Nickel

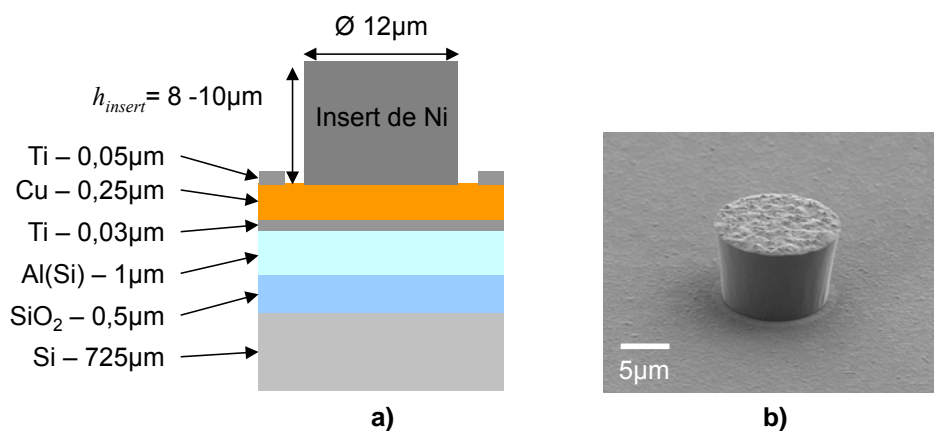
La seconde partie de ce chapitre est consacrée à l'étude du microinsert de Nickel. Après la description de l'élaboration du microinsert et une caractérisation de la morphologie de surface, les propriétés mécaniques sont extraites par indentation instrumentée. Afin de simplifier l'étape de caractérisation mécanique, un échantillon avec un dépôt de Nickel identique à celui du microinsert est utilisé.

### IV.2.1 Description de l'échantillon et caractérisations préliminaires

L'échantillon est constitué d'un empilement de couches minces avec la présence d'un microinsert de Nickel en surface, le tout déposé sur un substrat de Silicium oxydé (cf. Figure IV-24-a). Le substrat de Silicium, épais de 725 $\mu m$ , est oxydé thermiquement durant 1h05min à une



température de 1050°C par voie sèche, ce qui permet d'obtenir un oxyde ( $\text{SiO}_2$ ) épais de 500nm. L'empilement est composé d'une première couche mince d'Al(Si wt-1%), épaisse de 1 $\mu\text{m}$ , déposée par PVD, pour les connexions électriques réalisées après le procédé de report de puces. L'empilement se poursuit avec des couches minces de Titane et de Cuivre. Le film mince de Cuivre de 250nm sert de couche d'accroche au microinsert de Nickel. Or, les atomes de Cuivre pouvant diffuser dans les autres couches et compromettre l'intégrité des circuits électroniques, des couches appelées barrières de diffusion en Titane sont déposées de part et d'autre de cette couche. Des étapes de photolithographie (dépôt d'une résine photosensible, masquage et insolation, puis gravure de la résine insolée) sont ensuite effectuées permettant de créer des ouvertures cylindriques dans la résine déposée, sur l'empilement décrit au préalable. Enfin, le microinsert en Nickel est obtenu par ECD (avec une densité de courant de 1,8A/dm<sup>2</sup>), après une gravure à l'acide fluorhydrique de la fine couche de Titane, pour avoir accès à la couche d'accroche de Cuivre. Une dernière étape de retrait de la résine par dissolution permet de révéler le microinsert. Celui-ci présente une hauteur proche de 8 à 10 $\mu\text{m}$  et a un diamètre d'environ 12 $\mu\text{m}$  (cf. Figure IV-24-b). Ces dimensions moyennes sont récapitulées dans le Tableau IV-8.

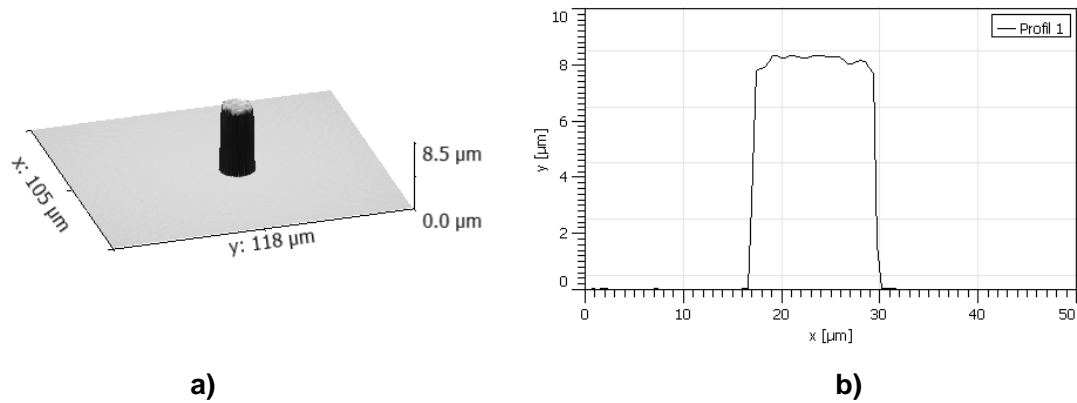


**Figure IV-24 – a) Schématisation et b) observation MEB d'un échantillon avec un microinsert de Nickel.**

Le diamètre et la hauteur des microinserts de Nickel sont mesurés à l'aide d'un microscope interférentiel (WYKO-RST) (cf. Figure IV-25), systématiquement avant chaque essai d'insertion mécanique et électrique (cf. chapitre V). Le diamètre est contrôlé une deuxième fois au MEB, étant donné la mauvaise résolution latérale du microscope interférentiel (de l'ordre de 400nm soit 5% du diamètre du microinsert).

	Hauteur moyenne	Diamètre moyen
<b>Microinsert de Nickel</b>	$\approx 8-10\mu\text{m}$	$\approx 12\mu\text{m}$

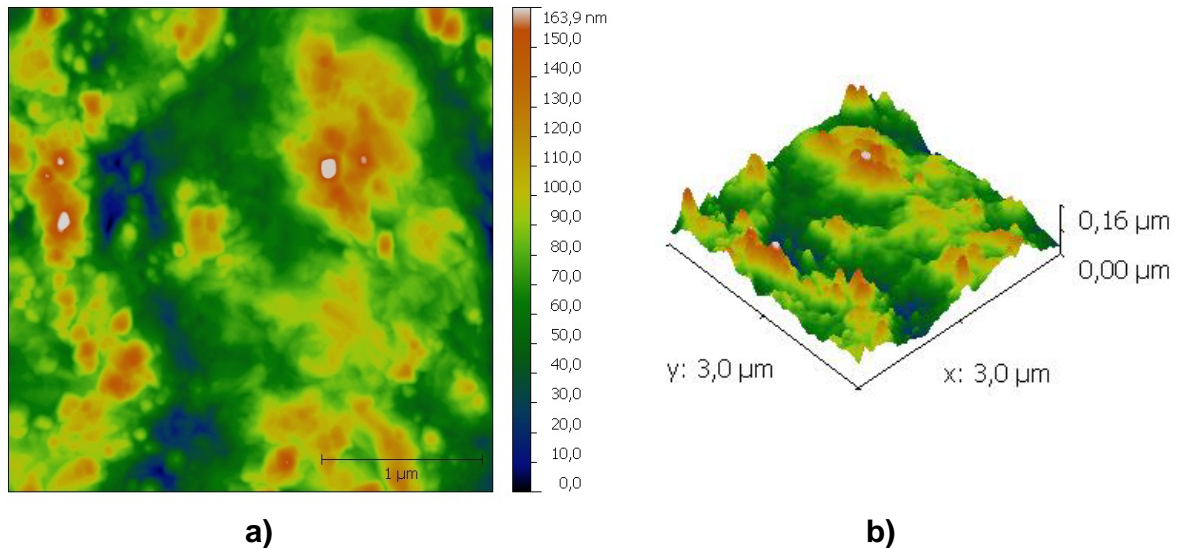
**Tableau IV-8 – Tableau récapitulatif des dimensions moyennes pour le microinsert de Nickel.**



**Figure IV-25 – Exemples d’observations au microscope interférentiel d’un microinsert : a) vue de côté en « 3D » et b) profil « 2D » du microinsert.**

#### IV.2.2 Caractérisation de la rugosité de surface

Dans cette partie, la microscopie AFM est utilisée pour décrire la morphologie de surface du microinsert de Nickel. Une mesure de la topographie de surface de  $3 \times 3 \mu\text{m}$  est effectuée, à l’aide d’un microscope AFM (Veeco), en mode « tapping » (cf. Figure IV-26).

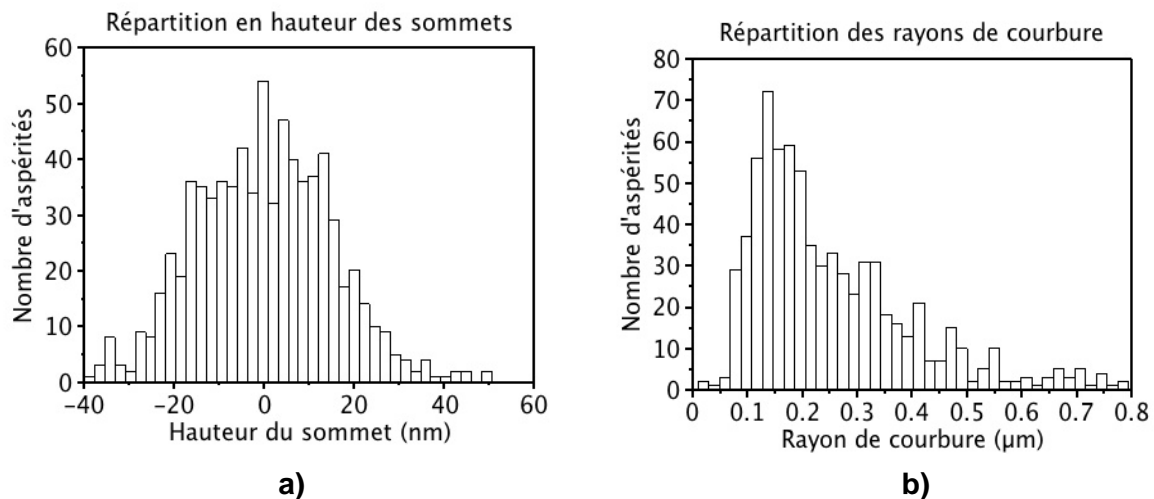


**Figure IV-26 – Observations à l’AFM de la surface d’un plot en Nickel de diamètre  $12 \mu\text{m}$  : a) vue du dessus et b) vue inclinée.**

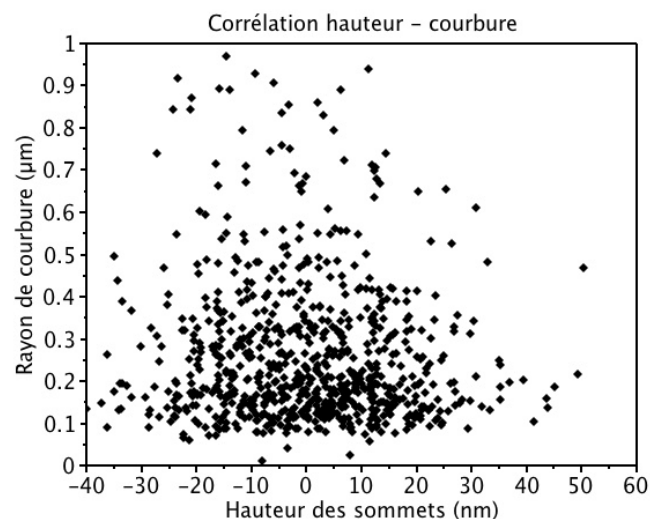
L’analyse de la rugosité est effectuée sur la base d’une décomposition de la topographie en aspérités discrètes sensées refléter la microstructure du matériau. La méthode d’analyse d’image permettant cette décomposition est décrite dans [\[DUVIVIER 2011\]](#) et est basée sur une succession de détections de contours et d’analyses morphologiques binaires permettant la détection automatique de plus de 90% des aspérités. Chaque aspérité identifiée est alors mesurée permettant de connaître la hauteur de son sommet, son rayon de courbure ainsi que ses coordonnées dans le plan de l’image. Dans le cas du microinsert de Nickel, 819 aspérités sont détectées soit une densité d’aspérités de  $91 \mu\text{m}^{-2}$ . 752 de ces 819 aspérités sont suffisamment définies pour permettre de mesurer leurs rayons de courbure par interpolation. Les deux histogrammes suivants montrent la répartition de la hauteur des sommets et du rayon de courbure de cette population d’aspérités. La répartition en hauteur des sommets est symétrique par rapport à la valeur moyenne et peut être raisonnablement approximée par une gaussienne alors que la population des rayons de courbure est étendue vers les grands rayons de courbure.

Ce résultat correspond à un écart type sur la hauteur des sommets de 15nm, à un rayon de courbure le plus probable de 140nm, un rayon de courbure médian de 200nm, un rayon de courbure moyen de 260nm et un écart type sur les rayons de courbure de 170nm. On remarque de plus que seulement quatre aspérités ont un rayon de courbure inférieur à 60nm. De plus, la corrélation entre hauteur du sommet des aspérités et rayon de courbure semble inexistante comme le montre la Figure IV-28.

Notons que cet état de surface très rugueux nous prive de mesures EBSD pour ce type d'échantillon. Après avoir caractérisé le microinsert morphologiquement, les propriétés mécaniques du microinsert de Nickel sont étudiées.



**Figure IV-27 – Répartition du nombre d'aspérités en fonction : a) des hauteurs des sommets et b) des rayons de courbure.**

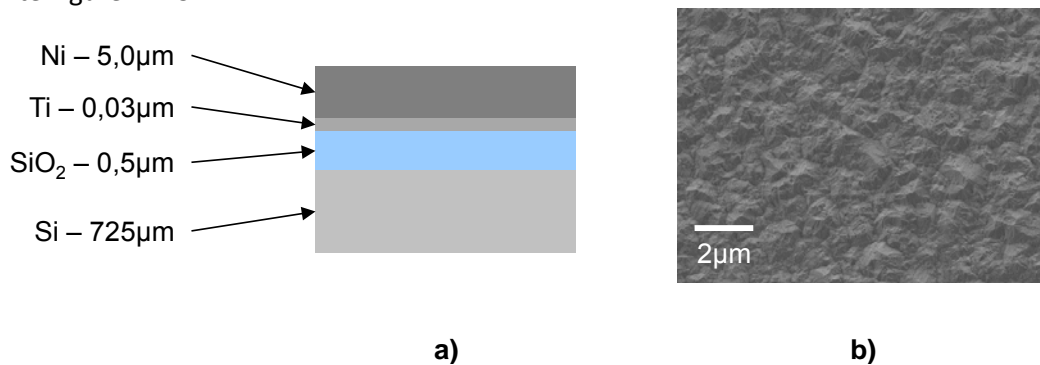


**Figure IV-28 – Graphique représentant la distribution des rayons de courbure en fonction des hauteurs des sommets de chaque aspérité.**

### IV.2.3 Caractérisation mécanique du Nickel

Dans le but de pouvoir caractériser mécaniquement le Nickel ECD constitutif du microinsert, un film de Nickel épais de 5μm est déposé par ECD, avec les mêmes paramètres que

pour le microinsert (cf. § IV.2.1), sur un substrat de Silicium oxydé, identique à celui présenté pour les échantillons d'Al(Cu) (cf. § IV.1.1.1). Une couche d'accroche de Titane épaisse de 30nm est toutefois nécessaire pour la réalisation du dépôt par ECD. L'empilement final alors obtenu est présenté Figure IV-29.



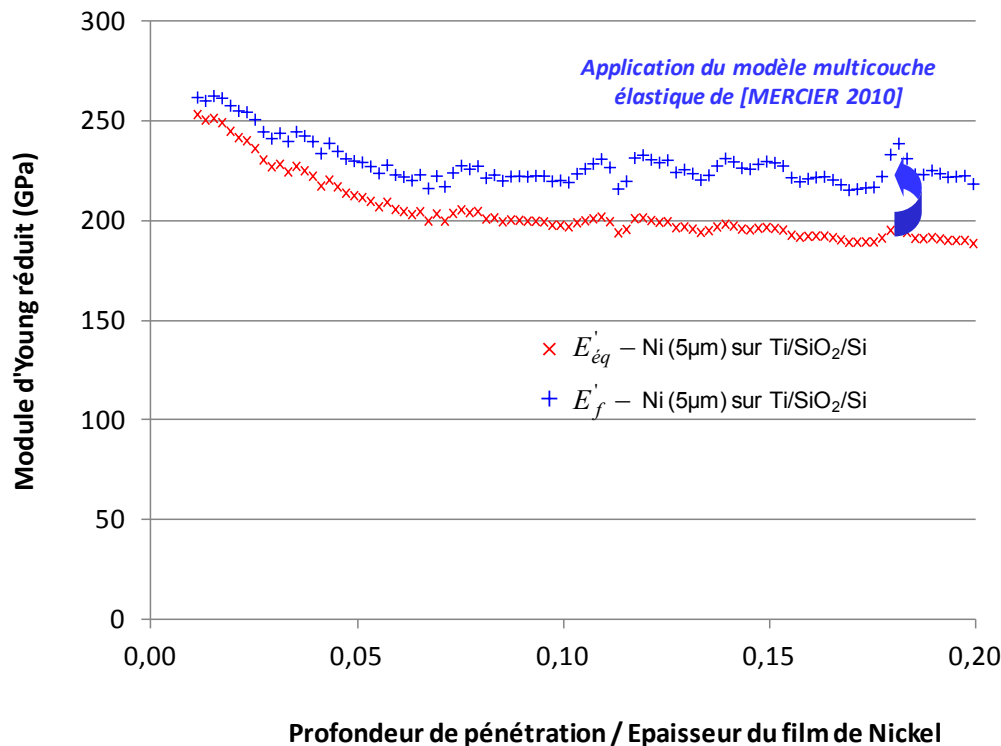
**Figure IV-29 – a) Schématisation et b) observation MEB de la surface d'un échantillon avec un dépôt ECD de Nickel épais de 5µm.**

Une série d'indentations est réalisée avec un indenteur Berkovich sur l'empilement Ni-Ti-SiO<sub>2</sub>-Si, selon le protocole présenté dans le paragraphe IV.1.2.1. Le module d'Young réduit équivalent est ensuite calculé en fonction de la profondeur d'indentation à l'aide des équations présentées dans le § III.1.2.1, pour un substrat semi-infini. Notons que la profondeur de contact est ici calculée à l'aide de la relation d'Oliver et Pharr (cf. Equation III-5). Le résultat obtenu pour l'échantillon de Nickel est donné Figure IV-30. Le module d'Young réduit calculé n'est pas constant avec la profondeur de pénétration. C'est pourquoi, il est impossible d'extraire directement de ces résultats bruts une valeur de module d'Young pour le film mince de Nickel.

Afin d'extraire correctement le module d'Young du film de Nickel, le modèle multicouche élastique décrit dans le chapitre III (cf. § III.1.2.2) est utilisé avec le protocole itératif de caractérisation mécanique de chaque couche de l'empilement [MERCIER 2010]. Les valeurs de modules d'Young pour le Silicium et l'oxyde thermique sont identiques à celles obtenues pour les échantillons d'Al(Cu), données dans le Tableau IV-5. Afin de simplifier l'extraction du module d'Young du film de Nickel avec le modèle multicouche élastique, la couche d'accroche de Ti, épaisse de 30nm, est négligée.

Une valeur moyenne de module d'Young  $E_{f,0}$  est alors calculée entre  $0,06$  et  $0,2 h_t/t$ , pour le film de Nickel, à l'aide du modèle de [MERCIER 2010], en prenant un coefficient de Poisson pour le Nickel de  $0,302$  [LEVY 2001]. Une valeur de  $216\text{GPa}$  est obtenue, laquelle est relativement proche de la valeur de  $211\text{GPa}$  trouvée dans la littérature [FISCHER-CRIPPS 2 2004]. L'ensemble des résultats est résumé dans le Tableau IV-9. Pour des enfoncements inférieurs à  $0,06\%$  de l'épaisseur du film de Nickel, soit  $300\text{nm}$ , la rugosité est relativement importante (cf. § IV.2.2), ce qui tend à diminuer l'aire de contact et ainsi augmenter les valeurs calculées de module d'Young.

La caractérisation des propriétés plastiques du film de Nickel est effectuée à partir de la série d'essais d'indentation précédente réalisée avec l'indenteur Berkovich. La dureté est alors calculée en fonction de la profondeur d'indentation à l'aide de l'équation III-23 [OLIVER 1992], valable uniquement pour un substrat semi-infini. L'évolution de la dureté moyenne de l'empilement de couches minces sous le microinsert, en fonction de l'enfoncement est donnée Figure IV-33.



**Figure IV-30 – Extraction du module d’Young réduit du film de Nickel en fonction de la profondeur de pénétration sur l’épaisseur du film mince.**

La dureté n’est constante avec l’enfoncement que pour des profondeurs supérieures à 0,06% de l’épaisseur du film de Nickel, soit 300nm. Cela est dû à une rugosité relativement importante aux faibles enfoncements, laquelle implique alors une diminution de l’aire de contact et une augmentation des valeurs calculées de dureté. Au-delà de 300nm d’enfoncement, une dureté moyenne du matériau de 3GPa est calculée. Il est possible de trouver dans la littérature une évolution similaire de la dureté en fonction de l’enfoncement (cf. Figure IV-32), avec par exemple les travaux de [DELOBELLE 2008](#). L’auteur attribue l’élévation de la dureté des films de Nickel ECD aux faibles enfoncements (jusqu’à 250nm), à des effets d’échelle (indent size effect en anglais ou ISE). L’auteur met également en avant, la dépendance de la dureté du film de Nickel ECD à la densité de courant  $J$  appliquée lors du dépôt (cf. Figure IV-32-b), laquelle contrôle la taille de grain du film de Nickel. Or, dans notre cas, le dépôt a été réalisé avec une densité de courant de 1,8A/dm<sup>2</sup>.

La dureté moyenne de l’empilement sous le microinsert est caractérisée à l’aide d’une série d’essais d’indentation, réalisée avec un indenteur Berkovich, selon le protocole présenté dans le paragraphe IV.1.2.1. La profondeur de contact est calculée à l’aide de la relation d’Oliver et Pharr (cf. Equation III-5). La dureté est alors calculée en fonction de la profondeur d’indentation à l’aide de l’équation III-23 [\[OLIVER 1992\]](#). Le résultat obtenu pour l’échantillon de Nickel est donné Figure IV-30 et une valeur moyenne d’environ 1GPa est calculé pour des enfoncements inférieurs à 1µm. L’ensemble des propriétés plastiques calculées pour le film de Nickel ECD et pour l’empilement de films minces métalliques sous-jacent au microinsert est résumée dans le Tableau IV-9.

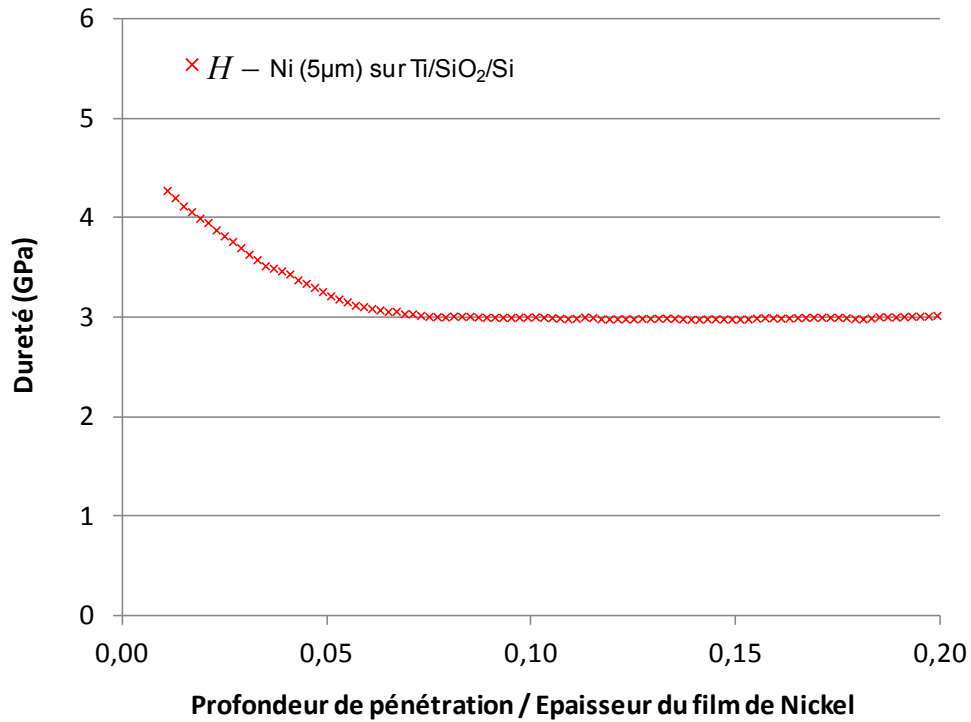


Figure IV-31 – Extraction de la dureté du film de Nickel en fonction de la profondeur de pénétration sur l'épaisseur du film mince.

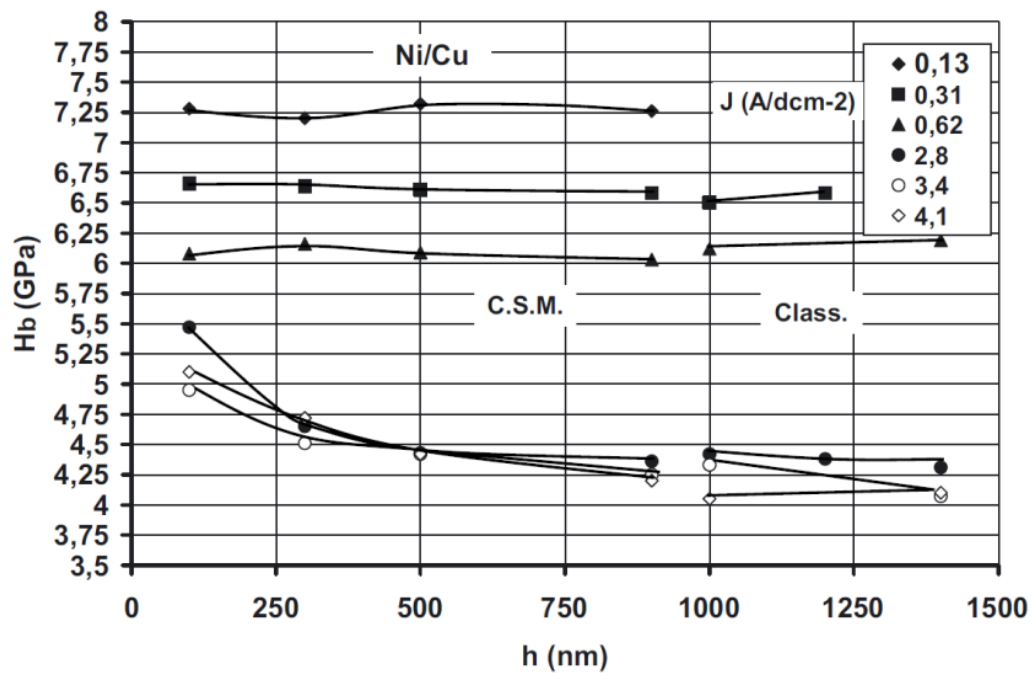
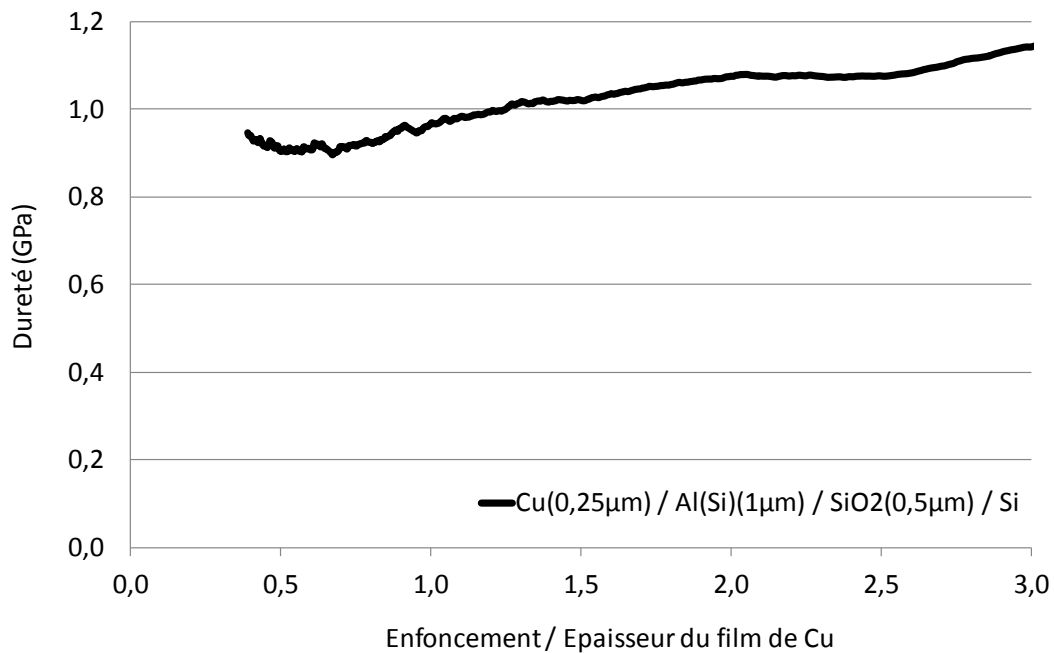


Figure IV-32 – Dureté du Nickel ECD en fonction de la densité de courant et de la profondeur d'indentation (cas du Nickel sur Cu) [\[DELOBELLE 2008\]](#).



**Figure IV-33 – Evolution de la dureté moyenne de l'empilement de couches minces sous le microinsert, en fonction de l'enfoncement.**

	Nickel ECD (5μm)
Module d'Young du film ( $E_{f,0}$ ) <a href="#">[MERCIER 2010]</a>	216GPa
Module d'Young du matériau ( $E_{mat}$ ) dans la littérature	211GPa <sup>1</sup>
Coefficient de Poisson	0,302 <sup>2</sup>
Dureté moyenne du matériau ( $H$ ) <a href="#">[OLIVER 1992]</a>	3GPa
Dureté moyenne du matériau ( $H$ ) dans la littérature	(3-7)GPa <sup>3</sup> = $f(J)$
Dureté moyenne ( $H$ ) de l'empilement sous le microinsert	≈1GPa
<b>Tableau IV-9 – Tableau récapitulatif des valeurs de propriétés élastiques pour le film mince de Nickel ECD et pour l'empilement sous-jacent.</b>	

<sup>1</sup>[\[FISCHER-CRIPPS 2 2004\]](#)

<sup>2</sup>[\[LEVY 2001\]](#)

<sup>3</sup>[\[DELOBELLE 2008\]](#)

Enfin, le microinsert de Nickel déposé par ECD a été caractérisé morphologiquement et mécaniquement dans cette seconde partie. Une hauteur moyenne de 8 à 10μm et un diamètre d'environ 12μm ont été mesurés. Une analyse de rugosité, effectuée sur la base d'une décomposition de la topographie en aspérités discrètes, permet de déterminer un rayon de courbure moyen de 260nm, avec un écart type sur les rayons de courbure de 170nm. Enfin, un module d'Young de 216GPa et une dureté de 3GPa sont calculés à partir d'essais de nanoindentation, réalisés sur un film de Nickel épais de 5μm, avec les mêmes paramètres de dépôt ECD que le microinsert.

### IV.3. Oxyde d'Aluminium

La troisième partie de ce chapitre porte sur l'étude de l'oxyde natif des métaux mis en jeu dans le procédé de microinsertion. Afin de simplifier le problème, on ne cherche pas à caractériser mécaniquement l'oxyde natif de Nickel, épais de 1nm à température ambiante [GRAHAM 1972]. Cette partie est donc consacrée uniquement à l'oxyde natif d'Aluminium. Après quelques caractérisations préliminaires de cet oxyde natif, il semble inévitable de recourir à un échantillon avec un dépôt plus épais d'Alumine amorphe, afin de comprendre les mécanismes de fissurations d'un film mince fragile sur substrat mou, puis pour extraire des propriétés mécaniques. Des résultats de fissurations de l'oxyde sont alors obtenus par indentation instrumentée, puis traités statistiquement, avant d'être confrontés à des modèles analytiques et des simulations réalisées avec la MEF. Enfin, les essais d'indentation sur l'oxyde permettent de mettre en évidence le phénomène d'extrusion du métal au travers des fissures créées dans l'oxyde natif.

#### IV.3.1 Caractérisation de l'oxyde natif d'Aluminium

Afin d'étudier l'oxyde natif d'Aluminium, une couche mince d'Aluminium est déposée par PVD sur un substrat de Silicium oxydé identique à celui présenté pour les échantillons d'Al(Cu) (cf. § IV.1.1.1). La couche mince d'Aluminium est obtenue par voie physique à partir d'une cible d'Aluminium pur et a une épaisseur moyenne de 540nm. Cette couche polycristalline a une taille de grain moyenne de 410nm et une rugosité RMS de 2,7nm, avec une contrainte résiduelle de 52MPa (dépôt en tension), calculée à partir de la formule de Stoney (cf. Equation II-26). Par ailleurs, nous savons que l'Aluminium, une fois sorti du bâti de dépôt, s'oxyde immédiatement à l'air, à pression et température ambiante. Un oxyde natif amorphe, épais de quelques nanomètres, se forme spontanément et passive l'Aluminium [LAWLESS 1973]. De nombreux auteurs ont étudié la cinétique de croissance de l'oxyde natif à température ambiante, mais le plus souvent pour des faibles pressions d'oxygène, afin de ralentir les mécanismes d'oxydation. Par exemple, Krueger et Pollack ont mis en évidence la formation rapide d'une première couche d'oxyde natif par chimisorption avec une vitesse de l'ordre de 105nm/min, pour une pression de  $5.10^{-6}$ Torr (soit  $6,7.10^{-4}$ Pa)<sup>x</sup>, à température ambiante et sous atmosphère sèche [KRUEGER 1972]. Ils montrent également une chute brutale de la vitesse d'adsorption des atomes d'oxygène une fois la première monocouche formée.

La schématisation de l'empilement du film d'Aluminium sur le substrat de Silicium oxydé est donnée Figure IV-34-a, avec une observation AFM de la surface de cet échantillon Figure IV-34-b. De plus, afin de déterminer l'épaisseur exacte de l'oxyde natif formé, une observation au microscope électronique en transmission est réalisée (cf. Figure IV-35-a). Une carte chimique de l'oxygène est également réalisée par microscopie électronique en transmission avec filtrage d'énergie (ou EF-TEM) (cf. Figure IV-35-b). Ces deux observations nous permettent de mesurer une épaisseur moyenne d'oxyde natif d'environ 4nm.

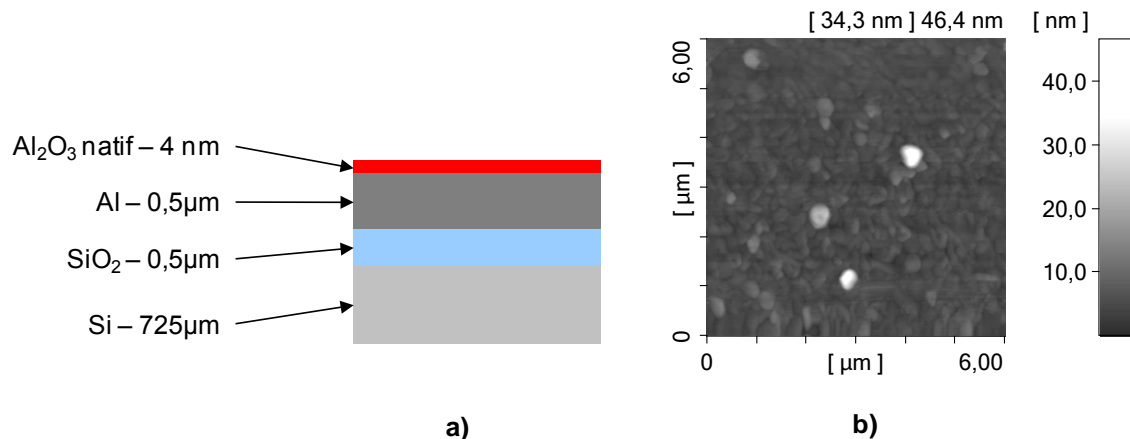
L'objectif de cette partie est de caractériser mécaniquement l'oxyde natif d'Aluminium. Rappelons que les premiers nanomètres d'indentation ne peuvent être exploités pour l'extraction des propriétés élastiques et plastiques. En effet, la fonction d'aire ne peut être facilement calibrée, à cause du défaut de pointe de l'indenteur Berkovich et des effets de surface (rugosité, joints de grains, présence d'une couche de contamination...). Il est toutefois possible d'utiliser la courbe force-profondeur de pénétration avec la présence de « pop-in », afin de caractériser la rupture de l'oxyde natif (cf. § III.1.1.3). Le but de ce travail est de corrélérer la formation de fissures

---

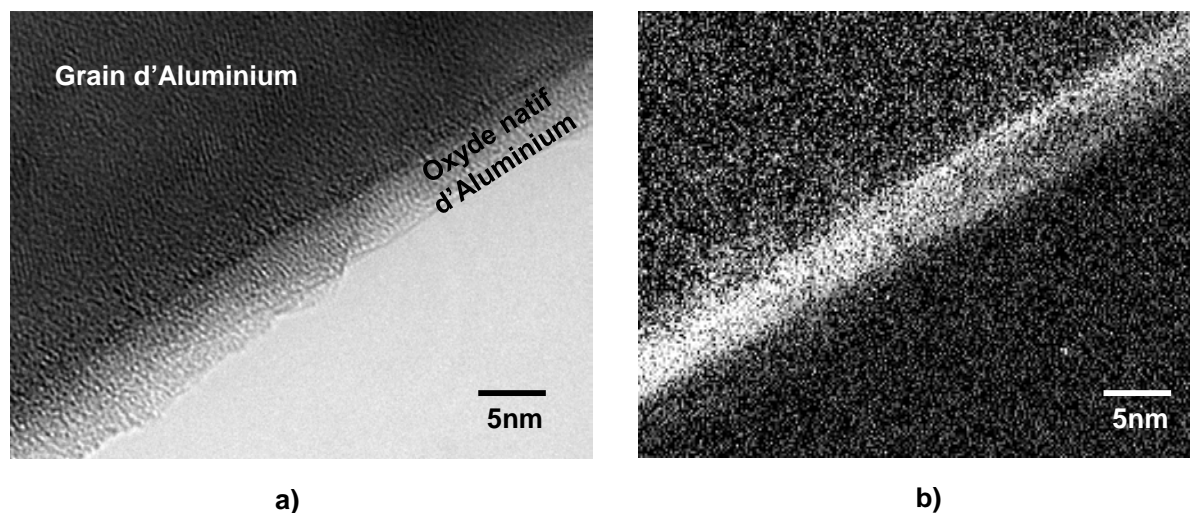
<sup>x</sup> Rappelons que la pression ambiante est d'environ  $1.10^5$ Pa.



dans l'oxyde natif avec l'apparition des paliers sur la courbe force-profondeur de pénétration, puis d'extraire une contrainte à la rupture de cet oxyde natif.

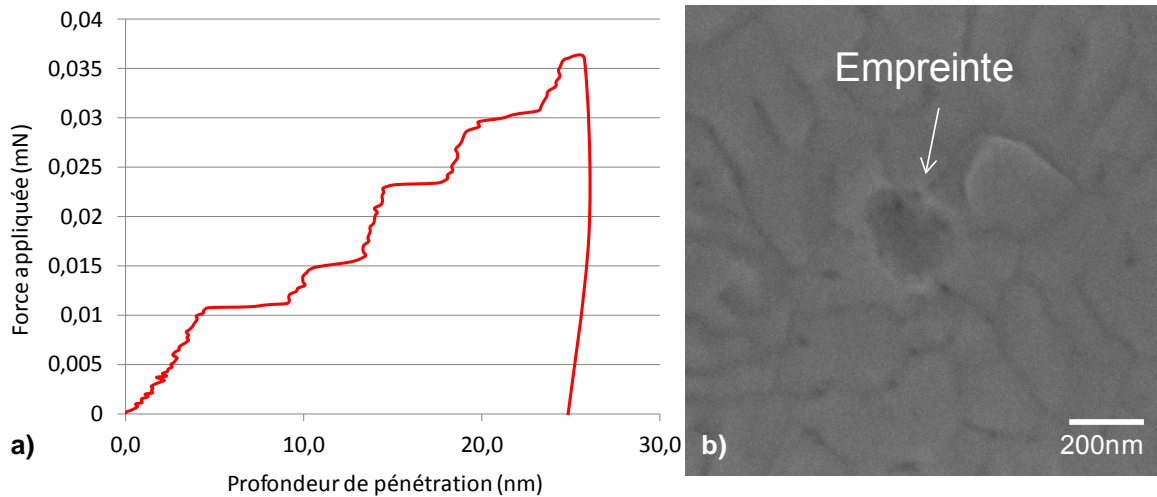


**Figure IV-34 – a) Schématisation d'un échantillon avec un dépôt d'Aluminium pur par PVD, avec son oxyde natif et b) observation AFM de la surface de cet échantillon.**



**Figure IV-35 –a) Observation MET de l'oxyde natif d'Aluminium avec b) la carte chimique de l'oxygène obtenue par « EF-MET ». Les zones blanches dans la carte chimique correspondent à une forte concentration d'oxygène.**

Des essais de nanoindentation, d'une profondeur totale d'indentation de 25 nm, sont effectués sur l'empilement présenté Figure IV-34, à l'aide de la tête XP et d'un indenteur sphérique en diamant (avec un rayon nominal de 450 nm), sans l'option CSM et avec une vitesse de déformation constante de 0,05/s. Une courbe typique force-profondeur de pénétration obtenue avec cette configuration, est donnée Figure IV-36-a. Plusieurs paliers peuvent être observés sur cette courbe force-profondeur de pénétration. Par ailleurs, une observation MEB est réalisée au niveau de l'empreinte résiduelle correspondante (cf. Figure IV-36-b). Aucune fissure dans l'oxyde natif n'est alors observée autour de l'indent. S'il y a effectivement eu formation de fissures dans l'oxyde natif lors de l'essai d'indentation, il est vraisemblable que l'Aluminium mis à nu au niveau de ces fissures se soit immédiatement oxydé à l'air, ne permettant pas dès lors de localiser ces dernières dans l'oxyde natif. A partir de ces premiers résultats expérimentaux, il paraît compromis de pouvoir extraire des propriétés mécaniques pour l'oxyde natif d'Aluminium. Afin de palier à ce problème, nous proposons d'utiliser des échantillons avec des dépôts d'Alumine plus épais (10 à 40 nm) que l'Alumine native (4 nm).

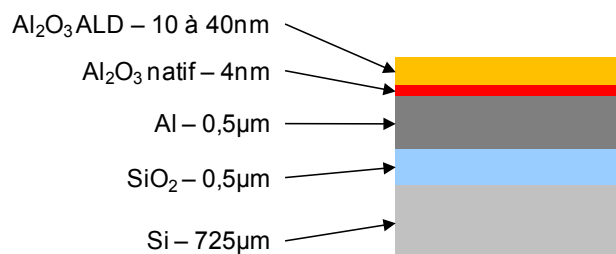


**Figure IV-36 – a) Courbe force-profondeur de pénétration obtenue pour un échantillon d’Aluminium avec de l’Alumine native, par nanoindentation avec un indenteur sphérique de rayon 0,45 $\mu$ m et b) l’observation MEB (électrons secondaires) de l’indent résiduel.**

### IV.3.2 Caractérisation de l’Alumine ALD

#### IV.3.2.1. Etude préliminaire sur l’Alumine ALD

Des dépôts d’Alumine, épais de 10, 20, 30 et 40nm, sont réalisés par ALD à une température de 85°C, à partir du précurseur de triméthylaluminium ( $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$  ou TMA) et d’eau comme second réactif [MAINDRON 2012], sur différents échantillons  $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{natif})\text{-Al-SiO}_2\text{-Si}$ , identiques à ceux présentés dans la partie précédente (cf. Figure IV-34). L’empilement final obtenu est schématisé Figure IV-37. L’épaisseur et la nature amorphe du dépôt d’Alumine ALD de 40nm, sont vérifiées respectivement au travers d’une observation réalisée par microscopie électronique en transmission (cf. Figure IV-38) et d’une analyse par diffraction des rayons X en incidence rasante (Grazing Incidence X-Ray Diffraction en anglais ou GIXRD) (cf. Figure IV-38). Notons que les pics observés sur le diffractogramme GIXRD de la couche mince d’Alumine ALD de 40nm, correspondent uniquement aux pics de diffraction de l’Aluminium cristallin sous-jacent. De plus, Quade *et al.* ont montré qu’il faut un traitement thermique avec des températures supérieures à 500°C, pour transformer un oxyde d’Aluminium amorphe en Alumine cristalline (cf. Figure IV-40) [QUADE 2000]. Ainsi, le caractère amorphe de l’oxyde natif d’Aluminium et de l’Alumine ALD, est dû à leurs températures de formation (respectivement à température ambiante et 85°C).



**Figure IV-37 – Schématisation d’un échantillon avec un dépôt d’Alumine ALD.**

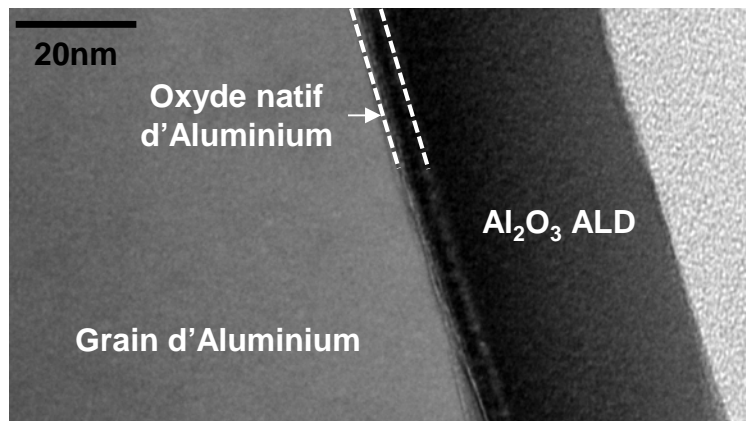


Figure IV-38 – Observation MET de l'Alumine ALD, épaisse de 40nm, déposée sur le substrat d'Aluminium avec oxyde natif.

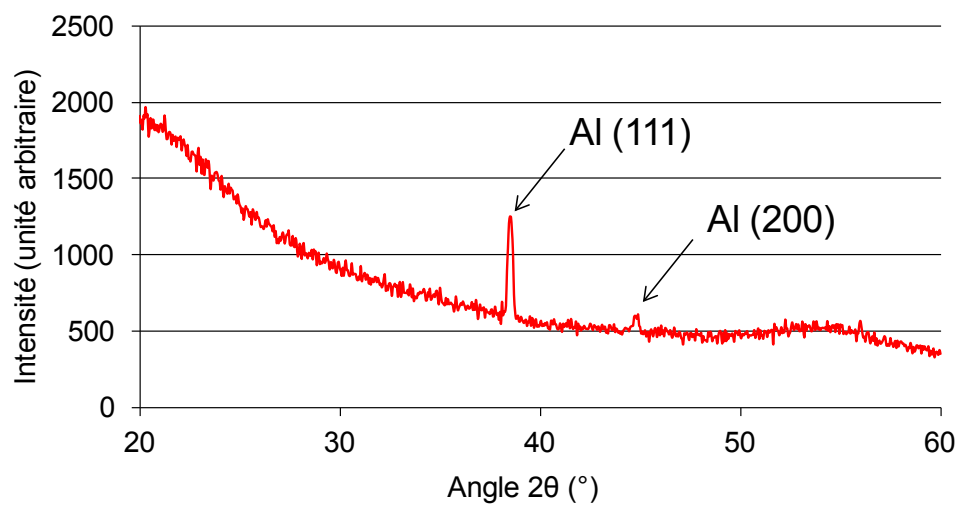


Figure IV-39 – Diffractogramme GIXRD (angle d'incidence de 1°) de la couche mince d'Alumine ALD, épaisse de 40nm, déposée sur le substrat d'Aluminium avec oxyde natif.

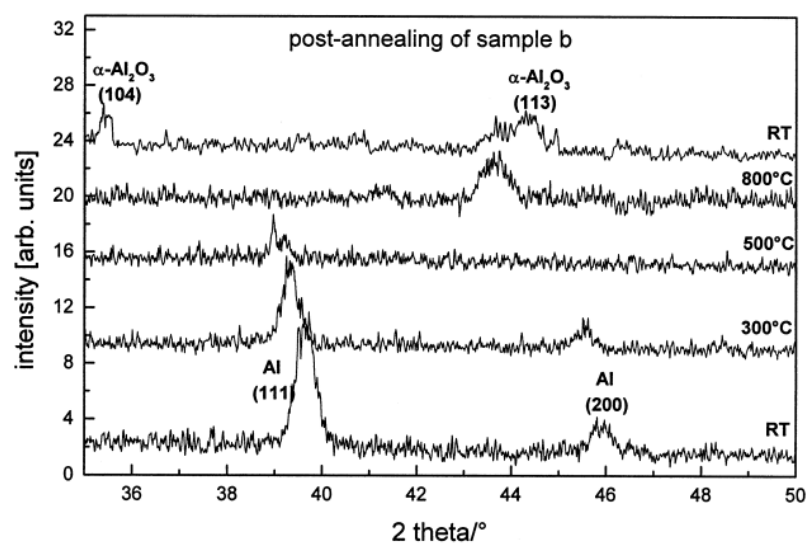


Figure IV-40 – Diffractogramme GIXRD (angle d'incidence de 1°) obtenu pour une couche mince d'Aluminium épaisse d'environ 40nm avant et après traitement thermique [QUADE 2000]. Le traitement thermique modifie l'oxyde amorphe de surface en  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  cristallin, pour des températures supérieures à 500°C.

Après ces premières caractérisations morphologiques, un essai de rayage est effectué sur l'empilement avec le dépôt d'Alumine ALD de 40nm. L'essai de rayage est largement utilisé afin de caractériser par exemple l'adhérence de films minces de passivation ou de protection (*e.g.* TiN, TiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ou les matériaux DLC<sup>y</sup>...), plutôt rigides et durs, déposés sur des substrats métalliques élastoplastiques [HOLMBERG 2006]. L'objectif de cet essai est de qualifier l'adhérence du film mince d'Alumine ALD et sur le film d'Aluminium recouvert de son oxyde natif. Pour cela, l'essai de rayage est réalisé à l'aide d'un indenteur Berkovich en diamant, sur une distance de 700µm avec une force normale maximale de 40mN et à une vitesse de 10µm/s. L'indenteur Berkovich est orienté de manière à ce que l'une de ses faces pénètre perpendiculairement dans l'échantillon (cf. Figure IV-41). Le profil complet de la force appliquée en fonction du déplacement horizontal est donné Figure IV-42.

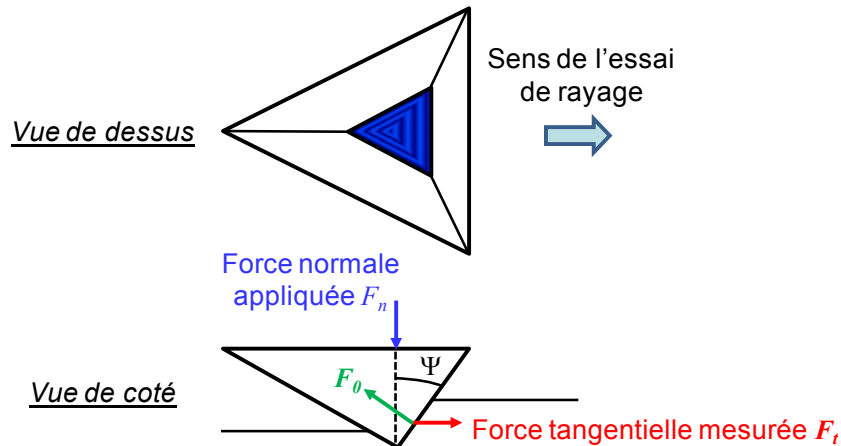


Figure IV-41 – Schématisation de l'essai de rayage avec un indenteur Berkovich.

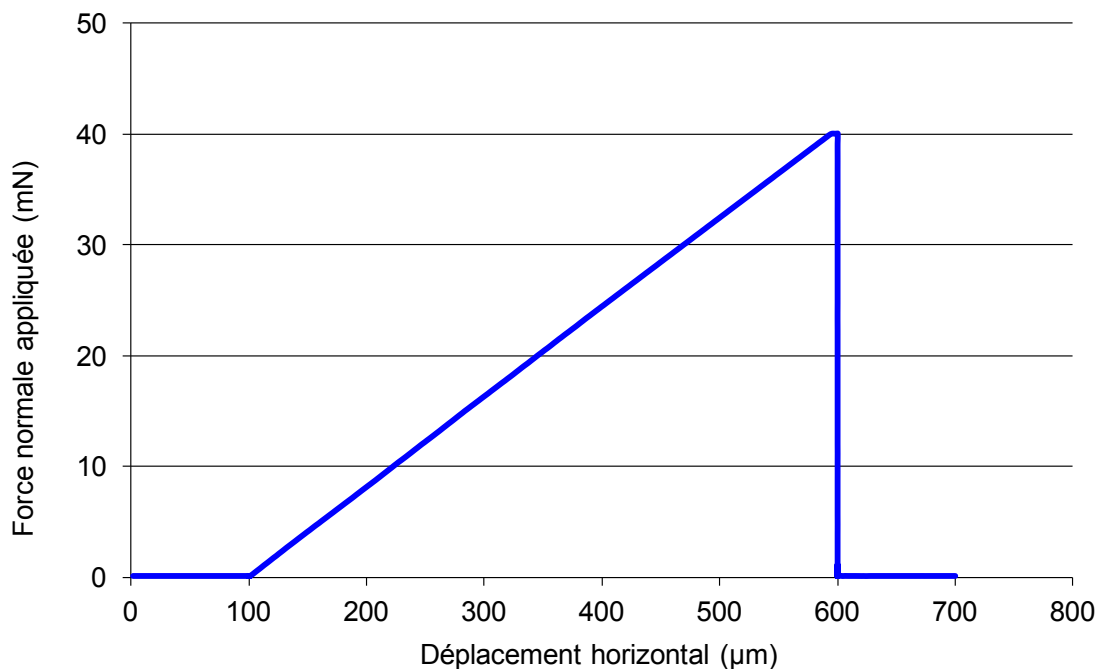
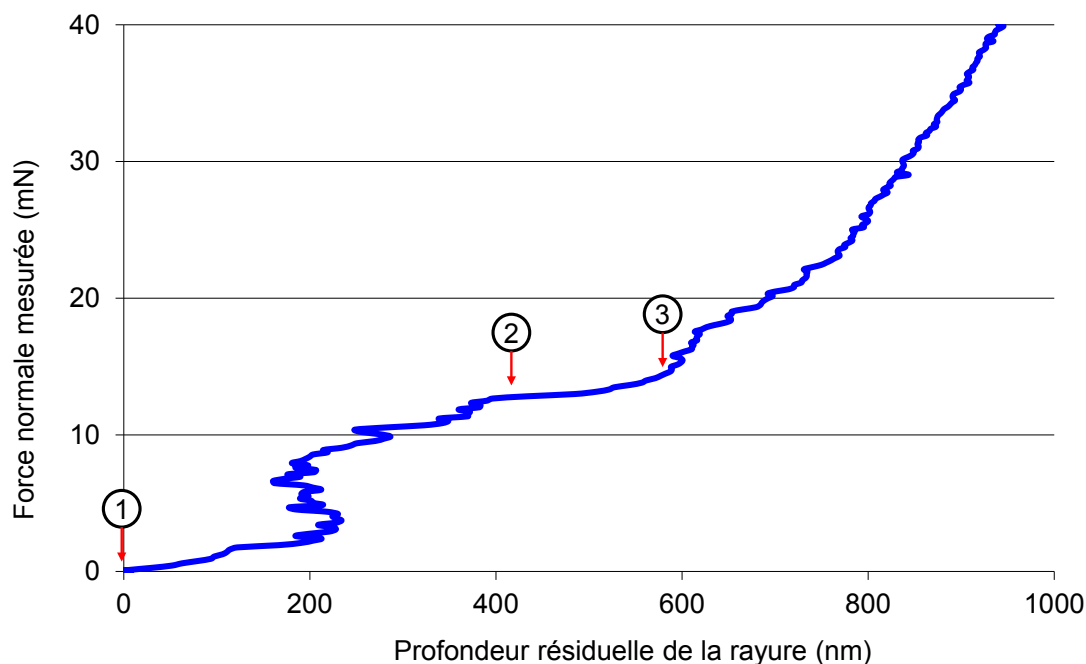


Figure IV-42 – Profil de la courbe force normale-déplacement horizontal appliqué lors de l'essai de rayage.

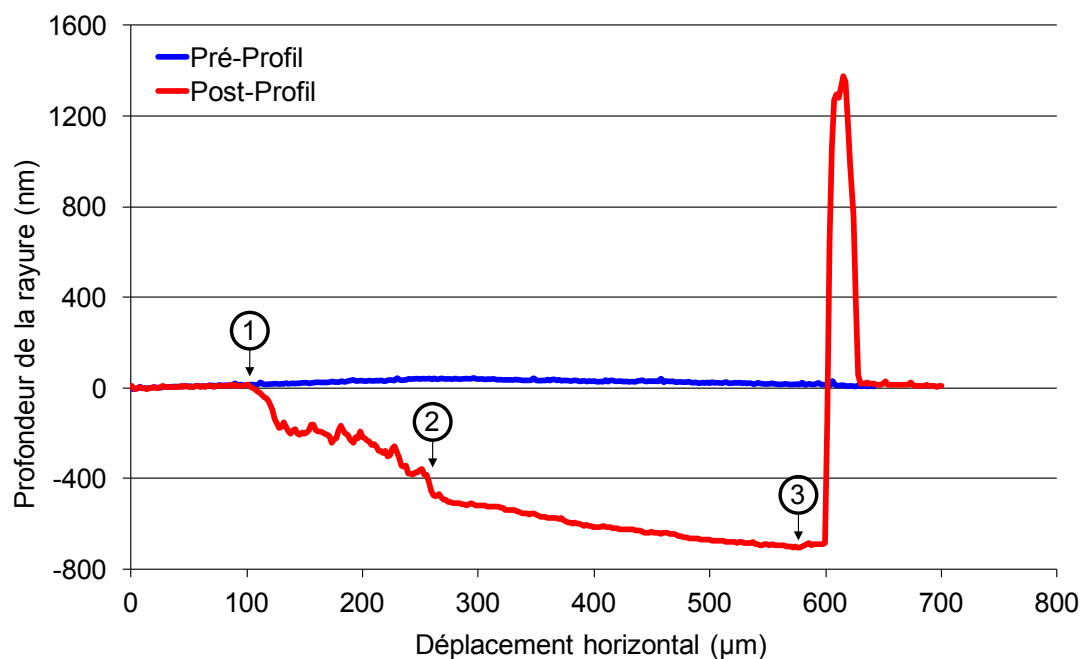
<sup>y</sup> DLC pour Diamond-Like Carbon : Matériaux carbonés amorphes, qui présentent quelques-unes des propriétés typiques du diamant.

Le profil force-profondeur de pénétration obtenu pendant l'essai de rayage et les profils de topographies de surfaces avant et après essai, réalisés avec l'indenteur Berkovich à faibles forces (0,1mN) sont donnés respectivement Figure IV-43 et Figure IV-44. Notons que pour une force maximale de 40mN (obtenue en fin de rayure), l'enfoncement maximal atteint est d'environ 945nm (710nm de profondeur résiduelle). Puis, la rayure est observée au MEB (cf. Figure IV-45-a) et trois zones spécifiques de la rayure sont détaillées à plus forts grossissements :

- 1) le début du chargement dans l'Alumine ALD ;
- 2) la rupture du film d'Alumine et le chargement dans le substrat d'Aluminium ;
- 3) le chargement dans l'oxyde thermique ( $\text{SiO}_2$ ).

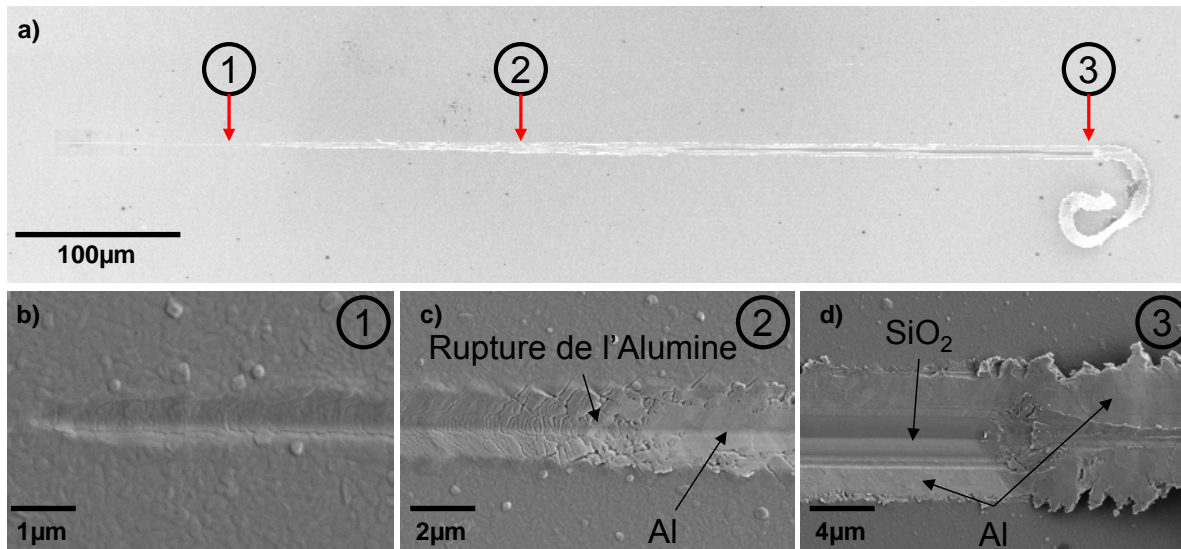


**Figure IV-43 – Profil de la courbe force normale-profondeur de pénétration obtenue lors de l'essai de rayage sur la couche mince d'Alumine ALD, épaisse de 40nm.**



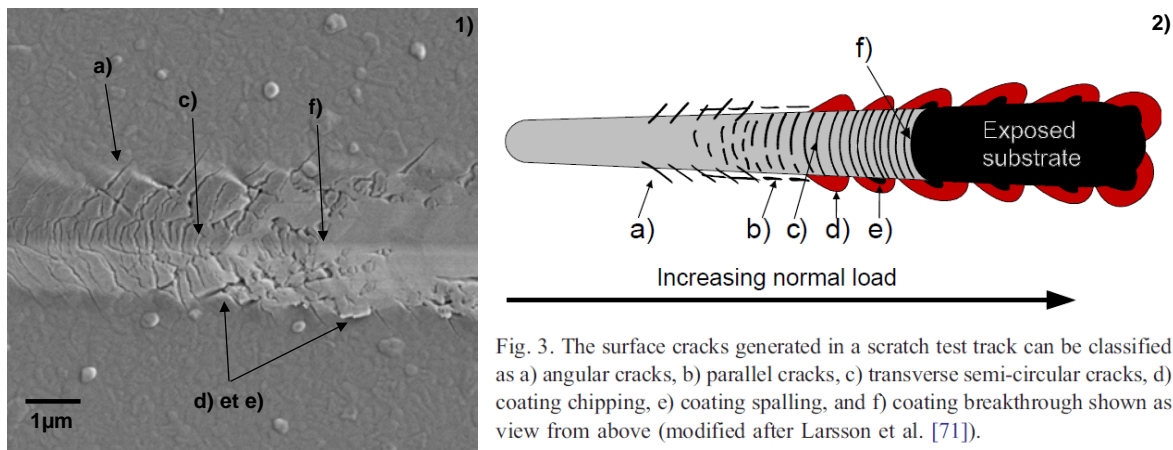
**Figure IV-44 – Profils de surface avant et après essai de rayage le long de la rayure.**





**Figure IV-45 – a) Observation MEB de la rayure dans son intégralité et b), c) et d) observations détaillées de zones spécifiques de la rayure.**

Les différents mécanismes de fissuration et de décollement d'un revêtement dur lors d'un essai de rayage avec un indenteur sphérique, ont été décrits par [\[HOLMBERG 2006\]](#) (cf. Figure IV-46). Bien que l'essai de rayage ait été réalisé dans notre cas avec un indenteur Berkovich, des fissures angulaires et transverses décrites par Holmberg *et al.* sont également observées dans l'Alumine ALD, pour des déplacements horizontaux compris entre 100µm (début du chargement) et 270µm (soit une force de 14mN et une profondeur de 400nm). A 270µm de déplacement horizontal, le film mince d'Alumine ALD cède brutalement et l'indenteur s'enfonce alors de 150nm, puis la rayure se poursuit dans le film d'Aluminium, et ensuite dans l'oxyde thermique ( $\text{SiO}_2$ ).



**Figure IV-46 – 1) Observation MEB de la fissure à l'endroit où l'Alumine ALD cède et 2) classification des mécanismes de rupture et d'écaillage d'un revêtement dur lors d'un essai de rayage avec un indenteur sphérique par [\[HOLMBERG 2006\]](#).**

Ces premiers résultats expérimentaux ont permis de mettre en évidence la forte adhérence de l'Alumine ALD sur de l'Aluminium avec oxyde natif. Malgré des déformations plastiques sévères du film d'Aluminium sous-jacent durant l'essai de rayage, le film mince d'Alumine ALD adhère au film d'Aluminium pour des forces allant jusqu'à 14mN (soit un enfoncement de 400nm). De plus, selon Evans *et al.*, les couples  $\text{Al}_2\text{O}_3$ /métal (avec le Molybdène comme exception) présentent généralement une bonne adhérence, avec des valeurs de ténacité

d'interface pour le couple  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$  mesurées autour de  $100\text{J/m}^2$  [EVANS 1999]. Toujours selon Evans *et al.*, une interface est faible lorsque la ténacité d'interface est comprise entre de 2 et  $20\text{J/m}^2$ .

#### IV.3.2.2. Propriétés mécaniques de l'Alumine ALD

Dans un premier temps, il est primordial de caractériser mécaniquement le film d'Aluminium, avant de chercher à déterminer les propriétés élastiques et plastiques de l'Alumine ALD. Après avoir suivi rigoureusement le protocole pour les essais d'indentation avec la tête XP et l'indenteur Berkovich décrit dans le § IV.1.2, le module d'Young réduit équivalent et la dureté sont calculés en fonction de la profondeur d'indentation à l'aide des équations de la méthode d'Oliver et Pharr pour un substrat semi-infini (cf. § III.1.2.1 et III.1.3). Les résultats sont donnés Figure IV-47 pour le module d'Young et Figure IV-48 pour la dureté.

Les valeurs de Module d'Young mesurées pour le film d'Aluminium augmentent avec la profondeur d'enfoncement. Cela est dû au fait que le film d'Aluminium soit déposé sur un système multicouche (Substrat de Silicium oxydé). Il est donc indispensable d'utiliser le modèle analytique d'extraction du Module d'Young élaboré pour des empilements de couches minces sur substrat, présenté dans le § IV.1.2.2. Le modèle de [MERCIER 2010] est alors utilisé dans le calcul du module d'Young du film mince d'Aluminium et une valeur de  $53\text{GPa}$  est obtenue (cf. Figure IV-47), en accord avec la littérature [LIM 1999].

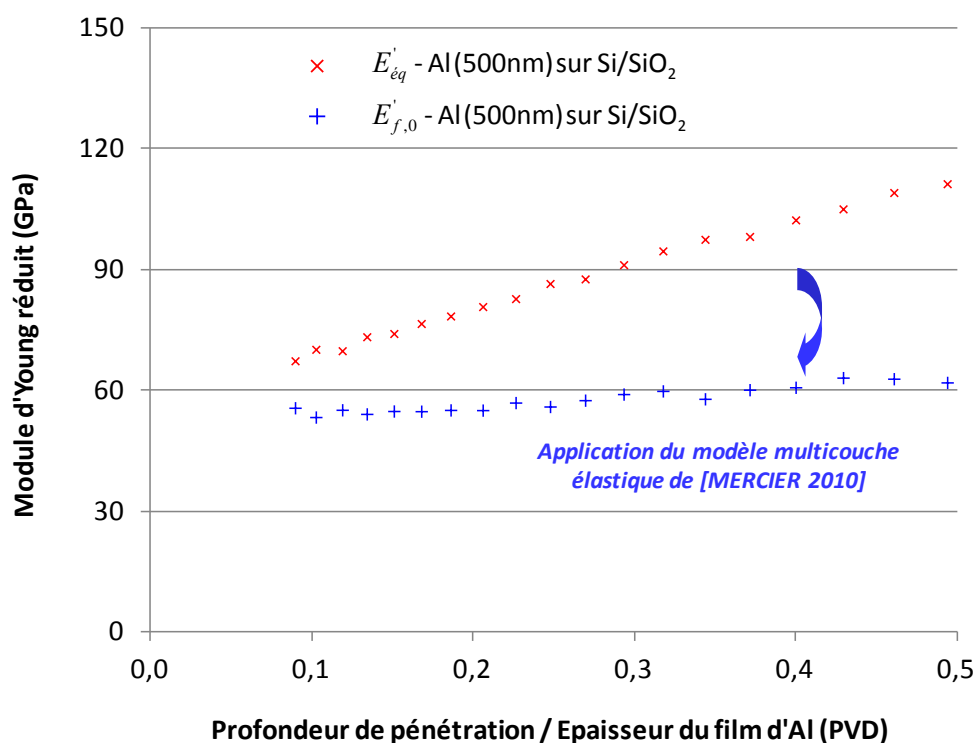


Figure IV-47 – Extraction du module d'Young réduit du film d'Aluminium PVD (500nm) en fonction de la profondeur de pénétration.

La dureté de l'Aluminium est calculée à partir de la méthode couplant les modèles de [HAN 2006] et [MERCIER 2010] (cf. § IV.1.2.3) pour des enfoncements compris entre 10 et 50% de l'épaisseur du film et vaut en moyenne  $0,25\text{GPa}$ . Une valeur de dureté de  $0,95\text{GPa}$  est trouvée dans la littérature [DOERNER 1986 2], pour un film d'Al pur épais de  $220\text{nm}$ , avec une taille de grain de  $300\text{nm}$ , et déposé sur un substrat de Silicium. La différence entre la dureté calculée dans

notre étude et celle calculée de la littérature, peut provenir de la différence de taille de grain et du fait que les modèles de calcul de la profondeur de contact utilisés soient différents (modèle de Loubet *et al.* vs modèle d'Oliver et Pharr). Notons que si l'on recalcule la dureté du film mince d'Aluminium avec le modèle d'Oliver et Pharr, une valeur de 0,59GPa est déterminée, mais sans la prise en compte de la formation de bourrelets autour de l'indent. L'ensemble des résultats des caractérisations mécaniques réalisées sur le film d'Aluminium PVD sont résumés dans le Tableau IV-10

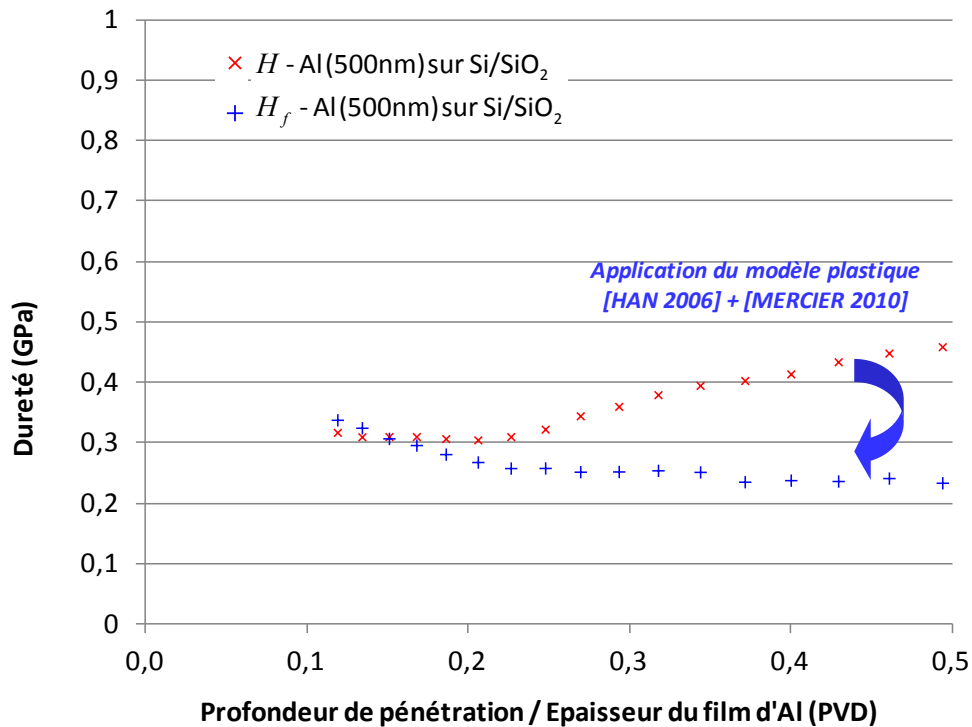


Figure IV-48 – Extraction de la dureté du film d'Aluminium PVD (500nm) en fonction de la profondeur de pénétration.

	Aluminium pur PVD
Epaisseur moyenne du film	540nm
Module d'Young du film ( $E_{f,0}$ ) [MERCIER 2010]	53GPa
Module d'Young du matériau ( $E_{mat}$ ) dans la littérature	50-70GPa <sup>1</sup>
Coefficient de Poisson	0,345 <sup>2</sup>
Taille de grain moyenne	410nm
Dureté moyenne du film mince ( $H$ ) calculée avec [LOUBET 1986]	0,25GPa
Dureté moyenne du matériau ( $H$ ) dans la littérature calculée avec [OLIVER 1992]	0,95GPa <sup>3</sup>
Tableau IV-10 – Tableau récapitulatif des propriétés pour le film mince d'Aluminium.	

<sup>1</sup>[LIM 1999]

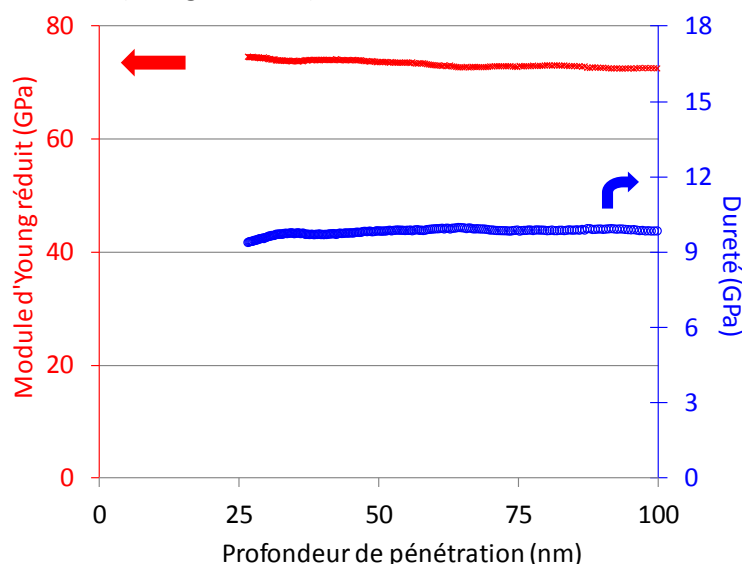
<sup>2</sup>[LEVY 2001]

<sup>3</sup>[DOERNER 1986\_2]

Les propriétés mécaniques de l'Alumine ALD sont ensuite étudiées dans cette partie au travers d'essais d'indentations. Etant donné les faibles épaisseurs des films minces d'Alumine ALD (10 à 40nm), les essais sont réalisés à l'aide de la tête DCM du nanoindenteur présenté § III.1.1.1 et d'un indenteur de type Berkovich, avec l'option CSM (mesure en continu de la raideur de



contact). Les paramètres utilisés par défaut pour le mode CSM sont une amplitude d'oscillation de 1nm et une fréquence d'oscillation de 75Hz. Les valeurs de forces, de déplacements et de raideurs de contact obtenues, sont acquises à une fréquence de 10Hz et sont ensuite corrigées de l'influence du mode CSM (cf. § III.1.1.1) [PHARR 2009], puis sont moyennées sur 64 essais, afin de lisser les phénomènes de « pop-in » (cf. Figure IV-50). Concernant le protocole de mesure, il est identique à celui présenté au § IV.1.2.1, à la seule différence que le critère de détection de surface est défini par une élévation de la raideur de contact de 0 à 125N/m. Puis, la fonction d'aire est calibrée à partir d'essais d'indentation réalisés sur de la Silice fondue, pour des enfoncements compris entre 25 et 100nm (cf. Figure IV-49).



**Figure IV-49 – Evolution du module d'Young et de la dureté de la Silice fondue en fonction de la profondeur de pénétration, avec la tête DCM et un indenteur Berkovich.**

Le module d'Young réduit équivalent est dans un premier temps calculé en fonction de la profondeur d'indentation à l'aide des équations présentées en III.1.2.1., pour un substrat semi-infini (cf. Figure IV-51). Le module d'Young réduit calculé est compris entre 60 et 80GPa et n'est pas constant avec la profondeur de pénétration. Cette gamme de valeurs de module d'Young n'est pas en accord avec les valeurs trouvées habituellement pour de l'Alumine ALD amorphe dans la littérature, comprises alors entre 100 et 272GPa, fonction du procédé de dépôt (température et temps de dépôt, gaz et molécules précurseurs, etc.) [TRIPP 2006]. Cette différence est attribuée d'une part à l'influence des couches sous-jacentes étant donné la faible épaisseur d'Alumine ALD et d'autre part au rapport  $E_f'/E_s'$  élevé compris entre 1,8 à 4,8, en prenant les valeurs de module d'Young réduit de l'Alumine amorphe données par [TRIPP 2006] et la valeur trouvée expérimentalement pour l'Aluminium (cf. Tableau IV-10).

Afin d'extraire un module d'Young pour le film d'Alumine ALD à partir de ces résultats expérimentaux, le modèle bicouche élastique de [HAY 2011] est utilisé, car les modèles de [BEC 2006] et [MERCIER 2009] sont moins fiables pour des rapports  $E_f'/E_s'$  élevés. Le modèle de Hay *et al.* décrit en Annexe – G, est capable de prédire un module d'Young équivalent sur un large domaine ( $0,1 < E_f'/E_s' < 10$ ), en utilisant une analyse par la méthode des éléments finis. Le module d'Young de l'Alumine amorphe est alors calculé à partir de ce modèle, utilisé pour l'empilement Alumine amorphe sur film mince d'Aluminium. Le calcul de la profondeur de contact est réalisé avec la relation d'Oliver et Pharr (cf. Equation III-5). Le résultat final obtenu à partir des résultats expérimentaux pour l'Alumine ALD de 40nm est donné Figure IV-51. Les variations du module d'Young observées sont attribuées à la présence d'une rugosité de surface et à la

fissuration de l'Alumine. Un module d'Young moyen de  $(133 \pm 11)$  GPa est calculé pour des enfoncements de 60 et 100% de l'épaisseur du film d'Alumine ALD, ce qui est en accord avec les valeurs de la littérature (cf. Tableau IV-11). Toutefois, selon Hay *et al.*, leur modèle est plus précis pour des rapports de profondeur de pénétration sur épaisseur de film mince inférieurs à 25%, si le modèle d'Oliver et Pharr est utilisé pour déterminer l'aire de contact. Enfin, en utilisant les valeurs de module d'Young obtenues et le modèle de dureté de [HAN 2006] (cf. IV.1.2.3) une dureté moyenne de  $(8,1 \pm 1,9)$  GPa est calculée pour l'Alumine ALD amorphe de 40nm (cf. Figure IV-52 et Tableau IV-11).

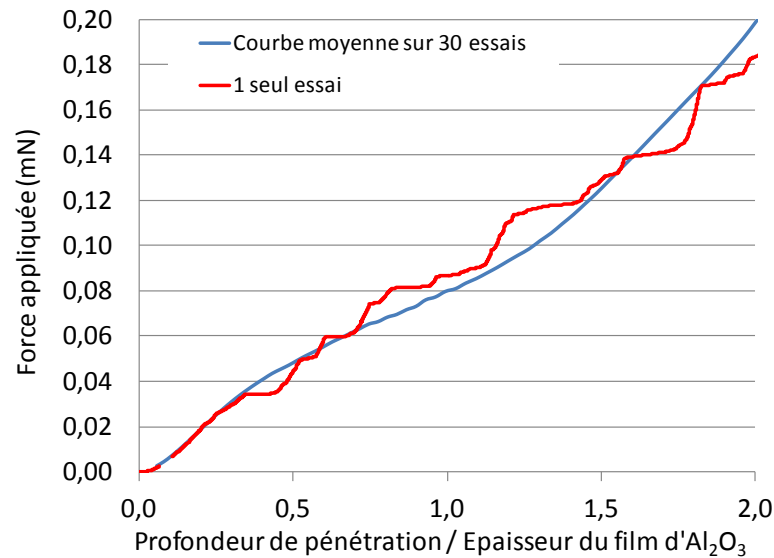


Figure IV-50 – Evolution de la force appliquée en fonction de la profondeur de pénétration sur l'épaisseur du film d'Alumine ALD, avec la tête DCM et un indenteur Berkovich.

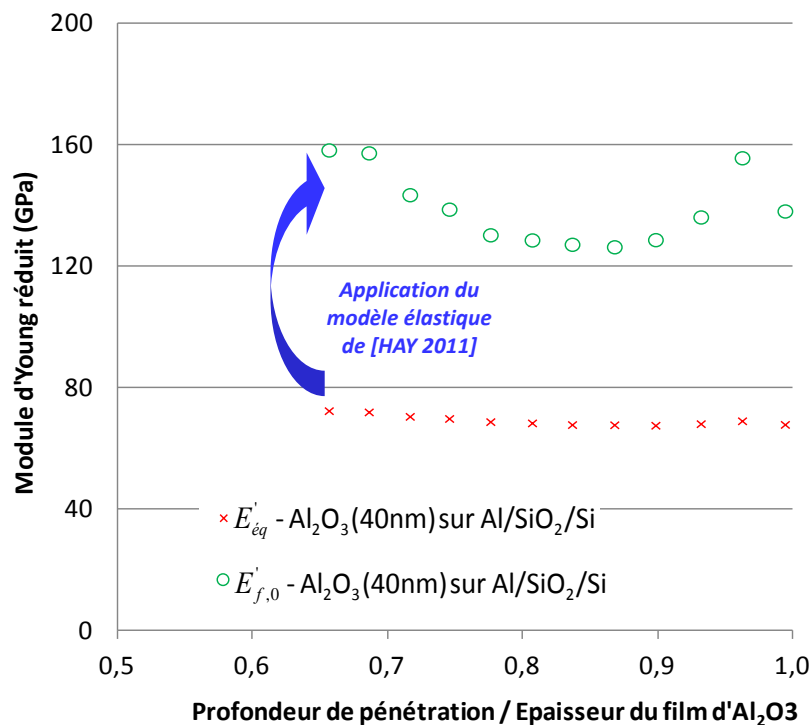


Figure IV-51 – Extraction du module d'Young réduit du film d'Alumine ALD (40nm) en fonction de la profondeur de pénétration à l'aide du modèle de [HAY 2011].

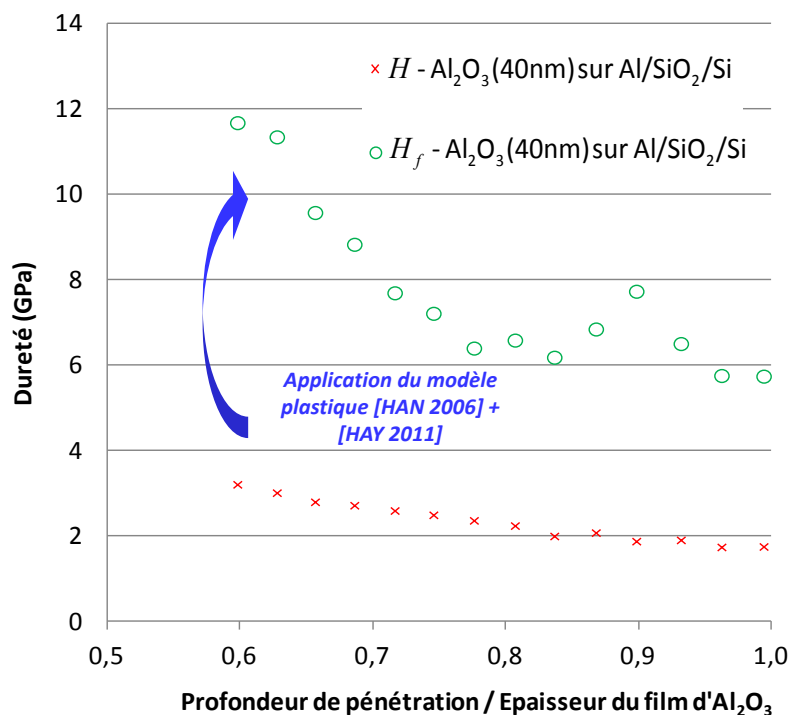


Figure IV-52 – Extraction de la dureté du film d'Alumine ALD (40nm) en fonction de la profondeur de pénétration.

	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ALD
<b>Epaisseur du film</b>	40nm
<b>Module d'Young moyen du film (<math>E_f</math>) [HAY 2011]</b>	(133 ± 11)GPa
<b>Module d'Young du matériau (<math>E_{mat}</math>) dans la littérature</b>	(125 ± 6)GPa <sup>1</sup> / (153 ± 3)GPa <sup>2</sup>
<b>Coefficient de Poisson</b>	0,24 <sup>3</sup>
<b>Dureté moyenne du film mince (<math>H_f</math>) [HAN 2006] avec [HAY 2011]</b>	(8,1 ± 1,9)GPa
<b>Dureté moyenne du matériau (<math>H</math>) dans la littérature</b>	(4,9 ± 0,1)GPa <sup>1</sup> / 8GPa <sup>2</sup>

**Tableau IV-11 – Tableau récapitulatif des valeurs des propriétés élastiques et plastiques pour la couche mince d'Alumine ALD (40nm).**

<sup>1</sup> [BULL 2012]<sup>z</sup>

<sup>2</sup> [HERRMANN 2005]<sup>aa</sup>

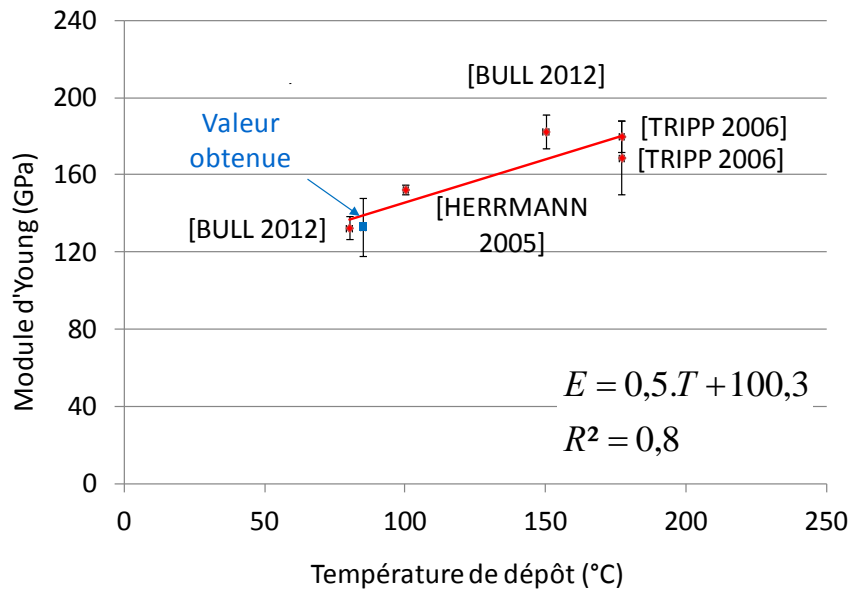
<sup>3</sup> [TRIPP 2006]

Afin d'estimer un module d'Young et une dureté pour l'Alumine native, les valeurs issues des résultats précédents pour l'Alumine ALD de 40nm sont reportées respectivement Figure IV-53 pour le module d'Young et Figure IV-54 pour la dureté avec les valeurs de la littérature en fonction de la température de dépôt. Une dépendance linéaire de ces propriétés en fonction de la température de dépôt est observée avec des films de SiC amorphes, pour des températures comprises entre 25 et 600°C [EL KHAKANI 1997]. Cette évolution linéaire a été reliée à une

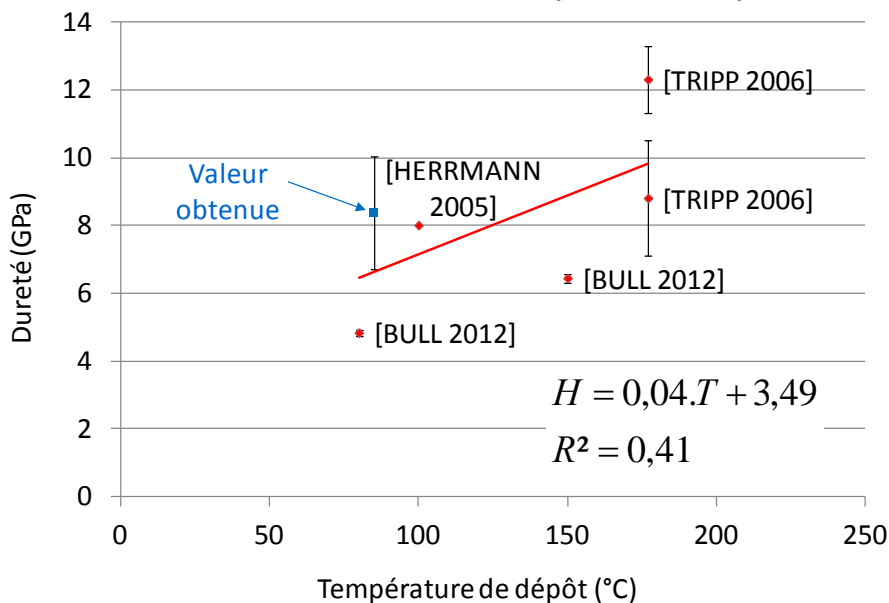
<sup>z</sup> Le film mince d'Alumine ALD (TMA + H<sub>2</sub>O) caractérisé par [BULL 2012] a une épaisseur de 150nm et a été déposé à une température de 80°C. Les valeurs de module d'Young et de dureté sont issues d'essais d'indentation réalisés à l'aide d'un indenteur Berkovich.

<sup>aa</sup> Le film mince d'Alumine ALD (TMA + H<sub>2</sub>O) caractérisé par [HERRMANN 2005] a une épaisseur de 100nm et a été déposé à une température de 100°C. Les valeurs de module d'Young et de dureté sont issues d'essais d'indentation réalisés à l'aide d'un indenteur Berkovich.

densification des liaisons Si-C, car au-delà de 600°C, les films de SiC deviennent cristallins. Notons que dans le cas de l'Alumine ALD, il a été montré que la densité évolue linéairement avec la température de dépôt jusqu'à 200°C [GRONER 2004] (cf. Figure IV-55), et que de plus l'Alumine reste amorphe pour des températures de dépôt ou de recuit inférieures à 500°C [QUADE 2000].



**Figure IV-53 – Evolution du module d'Young (mesuré par nanoindentation Berkovich) de l'Alumine ALD en fonction de la température de dépôt.**



**Figure IV-54 – Evolution de la dureté (mesurée par nanoindentation Berkovich) de l'Alumine ALD en fonction de la température de dépôt.**

Ainsi, il est possible en première approximation de modéliser les évolutions du module d'Young (cf. Figure IV-53) et de la dureté (cf. Figure IV-54) de l'Alumine ALD en fonction de la température de dépôt à l'aide de régressions linéaires. Le coefficient de régression est de 0,80 dans le cas de l'évolution du module d'Young de l'Alumine ALD et de 0,41 pour l'évolution de la dureté. A partir de ces modélisations, il est possible d'extrapoler cette dépendance linéaire et d'obtenir ainsi pour un film d'oxyde d'Aluminium ALD se formant à température ambiante, un module d'Young de 111,6GPa et une dureté de 4,4GPa (cf. Tableau IV-12).

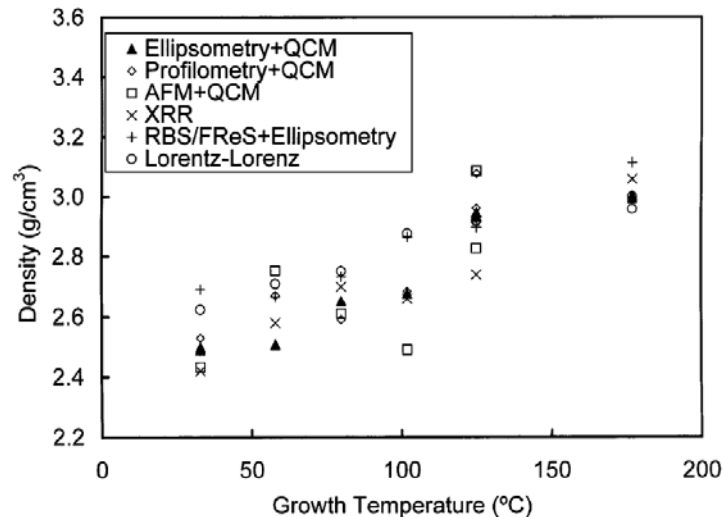


Figure IV-55 – Evolution de la densité de l'Alumine ALD (TMA + H<sub>2</sub>O) en fonction de la température de dépôt [GRONER 2004].

	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ALD à 25°C
<b>Module d'Young</b> (extrapolation de la régression linéaire Figure IV-53)	111,6GPa
<b>Coefficient de Poisson</b>	0,24 <sup>1</sup>
<b>Dureté</b> (extrapolation de la régression linéaire Figure IV-54)	4,4GPa
<b>Tableau IV-12 – Tableau récapitulatif des valeurs des propriétés élastiques et plastiques obtenues par extrapolation pour un film d'Alumine ALD se formant à température ambiante.</b>	

<sup>1</sup>[TRIPP 2006]

### IV.3.3 Etude de la fissuration de l'Alumine ALD

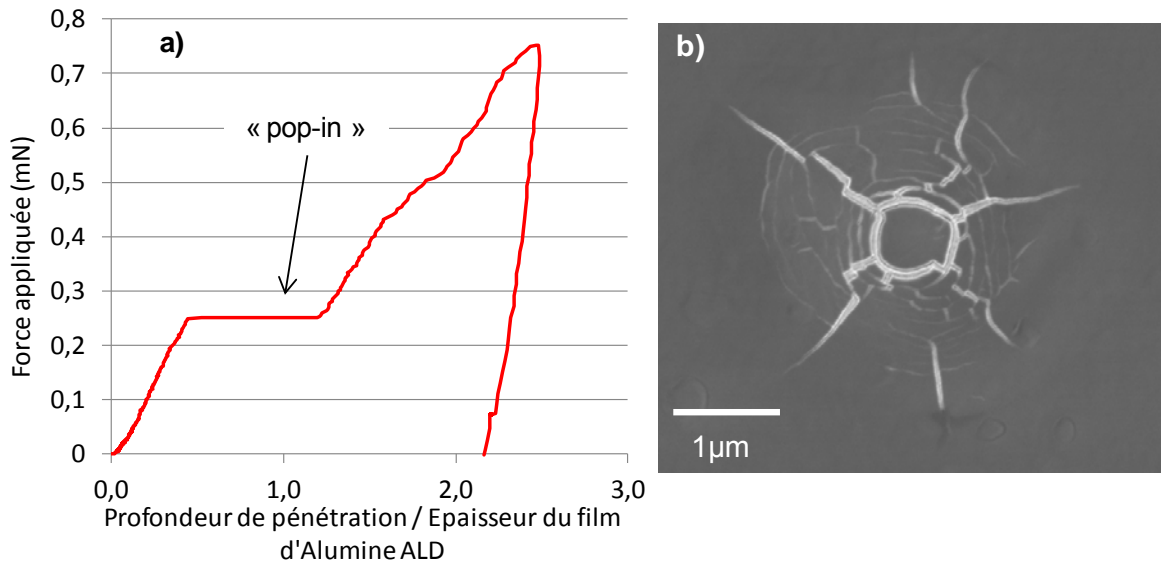
L'objet de cette partie est de mettre en évidence la fissuration de l'Alumine ALD au travers d'essais d'indentation, afin de calculer une valeur de contrainte à la rupture. Pour cela, une première démarche expérimentale basée sur l'observation des fissures et la corrélation avec la courbe force-profondeur de pénétration, est mise en œuvre afin de déterminer les paramètres expérimentaux les plus pertinents (type d'indenteur, force ou enfoncement maximum, etc.) à utiliser.

#### IV.3.3.1. Mise en évidence de la fracture

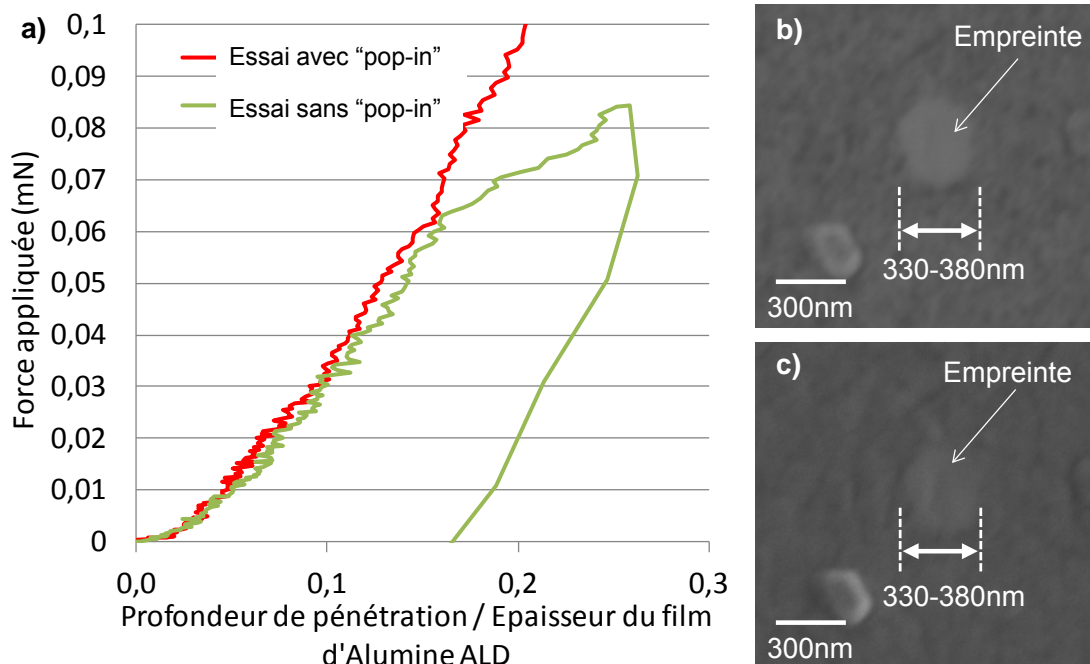
Une première étude est réalisée avec la tête XP et un indenteur sphérique en diamant de rayon 5µm, sur l'empilement décrit Figure IV-37 avec de l'Alumine ALD de 40nm. Une série de 64 essais d'indentation avec un chargement monotone (sans le mode CSM) est réalisée jusqu'à une profondeur de pénétration maximale de 100nm soit 2,5 fois l'épaisseur du film d'Alumine ALD et à une vitesse de déformation constante de 0,05/s. Une des courbes force-profondeur de pénétration obtenues est donnée Figure IV-56, avec l'observation MEB de l'indent résiduel.

Un palier ou « pop-in » d'environ 32nm est observé sur la courbe force-profondeur de pénétration, pour une force de 0,22mN. Plusieurs fissures radiales et orthoradiales sont alors observées au MEB post-mortem autour de l'indent résiduel. Notons que la première fissure orthoradiale en partant du centre de l'indent a un diamètre d'environ 650 à 750nm. Afin de vérifier qu'il existe un lien entre l'apparition de ce palier sur la courbe force-profondeur de

pénétration et la formation de fissures dans l'Alumine ALD, une deuxième série d'essais d'indentation est alors réalisée selon le même protocole mais jusqu'à une profondeur de pénétration maximale de 10nm soit 0,25 fois l'épaisseur du film d'Alumine ALD. La courbe force-profondeur de pénétration obtenue est donnée Figure IV-57, avec l'observation MEB de l'indent résiduel. Aucun palier n'est alors observé sur la courbe force-profondeur de pénétration et une profondeur résiduelle de 7nm est enregistrée, ce qui confirme une déformation élastoplastique de l'Aluminium sous-jacent. Par ailleurs, une empreinte plastique d'un diamètre compris entre 330 et 380nm est observée au MEB. Cette empreinte plus claire en électrons rétrodiffusés nous indique une densification probable de l'Alumine ALD ou de l'Aluminium sous-jacent. Notons également qu'aucune fissure n'est observée au niveau de l'indent résiduel.



**Figure IV-56 – a) Courbe force-profondeur de pénétration avec « pop-in », obtenue pour de l'Alumine ALD épaisse de 40nm, par indentation sphérique (rayon 5µm) et b) l'observation MEB de l'indent résiduel (électrons rétrodiffusés) avec des fissures dans l'Alumine.**



**Figure IV-57 – a) Courbe force-profondeur de pénétration avant « pop-in », obtenue pour de l'Alumine ALD (40nm) sur substrat d'Aluminium, par nanoindentation sphérique (rayon 5µm) et les observations MEB de l'empreinte résiduelle en b) électrons rétrodiffusés et c) secondaires.**

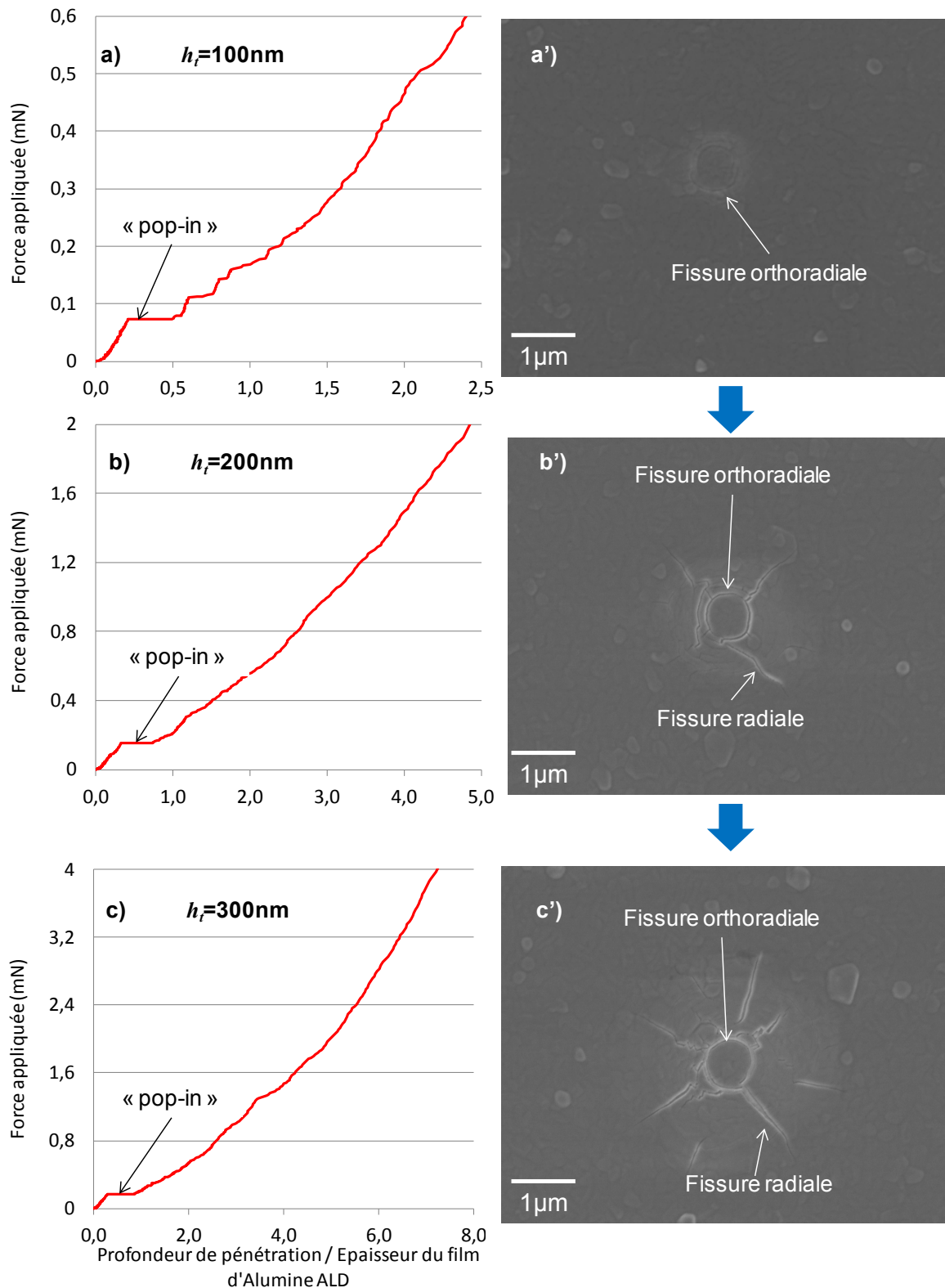
D'après ces premiers résultats expérimentaux et en se basant sur les différentes analyses faites à partir de l'observation de « pop-in » détaillées dans le chapitre III à la section 1.1.3., l'hypothèse que le « pop-in » est lié à la fracture de l'Alumine ALD est émise. Selon l'analyse faite par [\[GERBERICH 1996\]](#) ou [\[KRAMER 2001\]](#), des dislocations sont nucléées dans l'Aluminium au cours de la charge, et s'empilent à l'interface oxyde-métal pour former des bourrelets, ce qui revient à supposer que l'Aluminium sous-jacent est déformé plastiquement, comme l'expliquent [\[BOLSHAKOV 1998\]](#) et [\[BARNOUSH 2010\]](#). Puis, l'oxyde jouant le rôle d'une « protection », cède brutalement dès que sa limite à la rupture est atteinte, se traduisant par un « pop-in » sur la courbe force-profondeur de pénétration. Enfin, tout phénomène de délamination est exclu, étant donné les résultats obtenus lors de l'essai de rayage décrit précédemment dans la section IV.3.2.1.

### IV.3.3.2. Fissuration en indentation sphérique

Le choix a été fait de caractériser la fissuration de l'Alumine ALD par des essais d'indentation sphérique (cf. [Annexe – H](#)), étant donné la reproductibilité des résultats et la possibilité de modéliser par la méthode des éléments finis l'essai d'indentation en configuration axisymétrique. Dans cette partie, l'essai d'indentation sphérique (courbe force-profondeur de pénétration et observations microscopiques) est analysé en détail afin de proposer un scénario de fissuration de l'Alumine ALD. Trois séries d'essais sont ainsi conduites selon le protocole décrit en IV.3.3.1, pour trois profondeurs de pénétration différentes (100, 200 et 300nm) avec l'indenteur sphérique de rayon 5µm et l'échantillon d'Alumine ALD épaisse de 40nm. Les courbes force-profondeur de pénétration et les observations MEB des indents résiduels pour chaque profondeur de pénétration sont résumées Figure IV-58.

Pour la profondeur de pénétration de 100nm, un « pop-in » est présent pour une force de 0,07mN sur la courbe force-profondeur de pénétration, et une première fissure orthoradiale, autrement dit circulaire, est observée dans l'Alumine ALD. Pour la profondeur de pénétration de 200nm et 300nm, les courbes force-profondeur de pénétration sont similaires avec des « pop-in » présents respectivement à des forces de 0,15 et 0,16mN. Par ailleurs, les observations MEB des indents résiduels correspondants aux essais à 200 et 300nm de profondeur, révèlent une fissure orthoradiale, mais aussi des fissures radiales avec comme point de départ la fissure orthoradiale.

Ces résultats expérimentaux suggèrent que l'apparition du « pop-in » est directement liée à la formation brutale de la première fissure orthoradiale. Afin de confirmer cette hypothèse, une deuxième série d'essais d'indentation est réalisée à partir d'un programme détection de « pop-in », développé sous le logiciel TestWorks™ de pilotage du nanoindenteur. Ce programme est basé sur le calcul des pentes locales des courbes force-profondeur de pénétration et déplacement-temps lors de la phase de chargement. Un « pop-in » est détecté lorsque les deux critères suivants, arbitrairement fixés, sont respectés : une pente locale  $dF/dh$  de la courbe force-profondeur de pénétration quasi-nulle (plus exactement inférieure à  $1.10^{-4}$  mN/nm) et une pente locale  $dh/dt$  de la courbe déplacement-temps supérieure à 30nm/s (soit des paliers de 3nm de long au minimum avec une fréquence d'acquisition de 10Hz). Une fois le « pop-in » détecté, la force critique  $F_{crit}$  à laquelle il s'est déclenché est enregistrée, et la charge maximale appliquée lors de l'essai d'indentation est recalculée, afin de ne pas dépasser la valeur arbitraire de 1,2 fois la force critique (cf. Figure IV-59).



**Figure IV-58 – Courbes force-profondeur de pénétration et observations MEB (électrons rétrodiffusés) des indents résiduels, obtenus lors d’essais d’indentation à différentes profondeurs (respectivement a) et a’) 100nm, b) et b’) 200nm et c) et c’) 300nm), réalisés avec un indenteur sphérique de rayon 5 $\mu\text{m}$ , dans un film mince d’Alumine ALD d’épaisseur 40nm.**



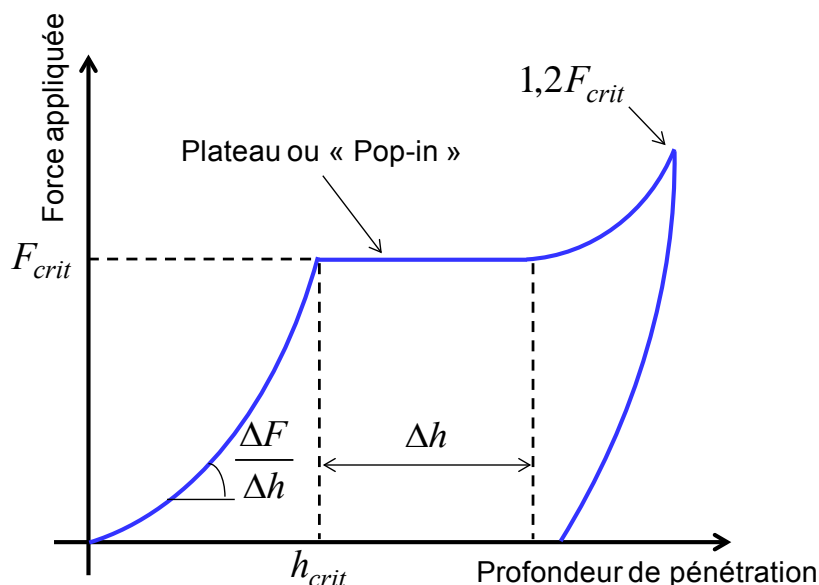


Figure IV-59 – Schématisation de la courbe force-profondeur de pénétration lors d'un essai d'indentation sphérique avec présence d'un « pop-in ».

A partir de ce programme, une série d'essais d'indentation est réalisée selon le protocole décrit en IV.3.3.1 avec un indenteur sphérique de rayon nominal  $0,45\mu\text{m}$  et l'échantillon d'Alumine ALD de  $40\text{nm}$ . Les évolutions des pentes locales des courbes charge-déplacement et déplacement-temps en fonction du temps pour un seul essai, sont données respectivement Figure IV-60-a et Figure IV-60-b. Le « pop-in » a été détecté correctement et la courbe force-profondeur de pénétration résultante de cet essai, avec les observations MEB de l'indent résiduel sont données Figure IV-61. L'essai d'indentation s'est fait jusqu'à une profondeur de pénétration maximale de  $65\text{nm}$  (profondeur résiduelle de  $60\text{nm}$ ) et un palier de  $38\text{nm}$  de long. De plus, les observations MEB révèlent une seule fissure orthoradiale d'un diamètre moyen de  $410\text{nm}$ . Notons que la fissure orthoradiale a le même diamètre que la zone plus claire observée en électrons rétrodiffusés.

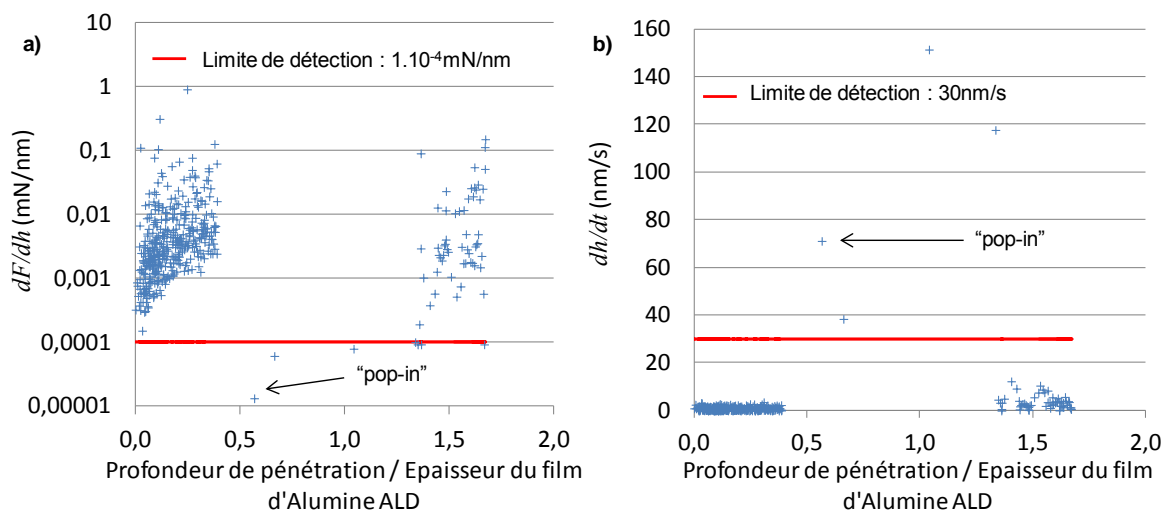


Figure IV-60 – Evolutions des pentes locales des courbes a) charge-déplacement et b) déplacement-temps en fonction de la profondeur de pénétration sur l'épaisseur d'Alumine, pour un essai d'indentation sphérique (rayon  $0,45\mu\text{m}$ ) sur de l'Alumine ALD épaisse de  $40\text{nm}$ .

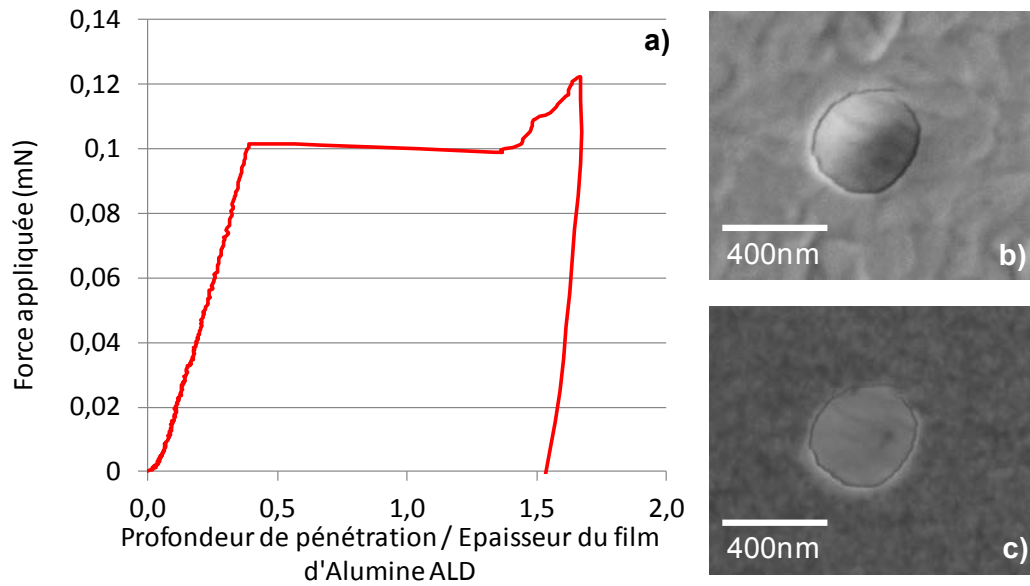


Figure IV-61 – a) Courbe force-profondeur de pénétration obtenue lors d'un essai d'indentation sphérique ( $R = 0,45 \mu\text{m}$ ) dans un film mince d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  ALD épais de 40 nm et les observations MEB de la fissure orthoradiale, b) en électrons secondaires et c) en électrons rétrodiffusés.

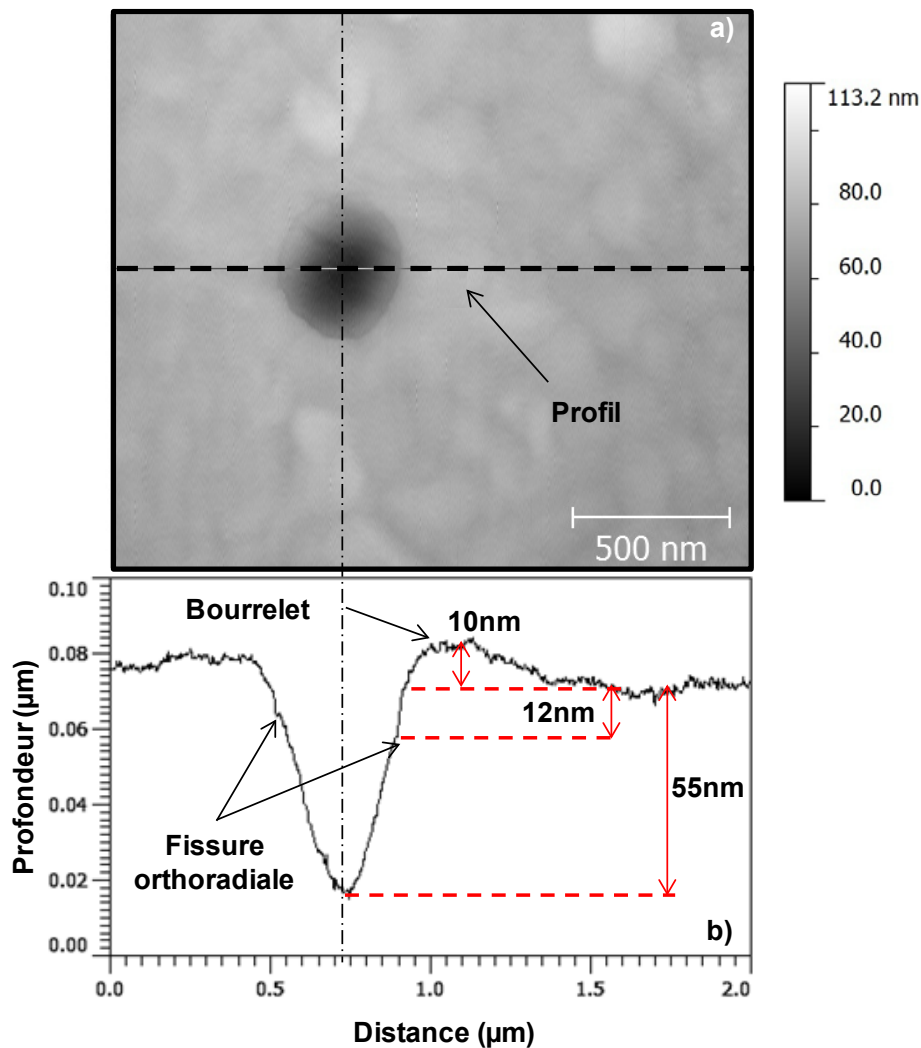


Figure IV-62 – a) Observation AFM de l'indent présent Figure IV-61 avec la fissure orthoradiale et b) profil de la topographie de surface.

L'empreinte d'indentation résiduelle est ensuite observée à l'aide d'un AFM (Veeco) en mode « tapping » (cf. Figure IV-62). La profondeur résiduelle mesurée à l'« AFM » est de 55nm, ce qui correspond au 60nm de profondeur résiduelle enregistrée à la fin de la décharge par le nanoindenteur. La mesure AFM met en évidence également la présence d'un bourrelet de 10nm de haut autour de la fissure orthoradiale. Cependant, la fissure orthoradiale n'est mesurée qu'à 12nm de la surface de l'échantillon, alors que la longueur du « pop-in » enregistrée avec le nanoindenteur est de 38nm. Cette différence peut provenir du retour élastique et d'un fluage du film mince d'Aluminium post indentation. De plus, rien ne permet de dire si la fissure se forme dès le début du « pop-in », et si sa formation est progressive ou uniforme.

Ces résultats ont mis en évidence le lien entre l'apparition du « pop-in » et la formation de la première fissure orthoradiale dans l'Alumine ALD. De plus, la méthodologie développée pour la caractérisation du « pop-in » par indentation sphérique permet d'obtenir correctement les valeurs de forces et de profondeur de pénétration critiques. Néanmoins, une analyse statistique de la fissuration est requise afin d'obtenir des valeurs critiques moyennes et ainsi de pouvoir déterminer une limite à la rupture pour l'Alumine amorphe.

#### IV.3.4 Analyse statistique de la fracture

L'objectif est de traiter statistiquement les courbes force-profondeur de pénétration obtenue lors des essais d'indentation, afin d'obtenir des paramètres critiques de fissuration moyens : force moyenne critique  $F_{crit}^0$  et profondeur de pénétration moyenne critique  $h_{crit}^0$ . En se basant sur les travaux de [\[CHECHENIN 1995\]](#), le modèle utilisé pour décrire l'évènement de fissuration est la fonction de répartition de Weibull de défaillance à deux paramètres (cf. § II.1.3.4). L'équation II-32 est utilisée pour exprimer respectivement les fonctions de répartition de la force critique et de la profondeur de pénétration critique :

$$\Psi = \exp \left( - \ln 2 \left( \frac{F_{crit}}{F_{crit}^0} \right)^{m_F} \right) \quad \text{IV-6}$$

$$\Phi = \exp \left( - \ln 2 \left( \frac{h_{crit}}{h_{crit}^0} \right)^{m_h} \right) \quad \text{IV-7}$$

avec les paramètres  $m^F$  et  $m^h$  sont respectivement les paramètres de forme, encore appelés les coefficients de Weibull des fonctions de répartition.

Une série d'essais d'indentation est donc réalisée avec la tête XP et les indenteurs sphériques de rayons moyens 0,45 et 5µm, sur quatre échantillons d'Alumine ALD épais de 10, 20, 30 et 40nm et sur un échantillon avec seulement de l'Alumine native épaisse de 4nm. Le programme développé pour la détection de « pop-in » est utilisé, et 64 essais avec un chargement monotone sont alors effectués sur chaque échantillon à une vitesse de déformation de 0,05/s et avec une fréquence d'acquisition de 10Hz. Puis, les valeurs de force critique  $F_{crit}$  et de profondeur de pénétration critique  $h_{crit}$  sont mesurées pour chaque courbe de chargement de chaque essai et moyennées pour donner les valeurs de force moyenne critique  $F_{crit}^0$  et de profondeur de pénétration moyenne critique  $h_{crit}^0$ . A partir de ces valeurs les fonctions de répartition IV-6 et IV-7 sont tracées pour chaque paramètre et un ajustement par la méthode des moindres carrés est réalisé afin de déterminer les coefficients de Weibull. L'ensemble des résultats obtenus est résumé dans le Tableau IV-13.

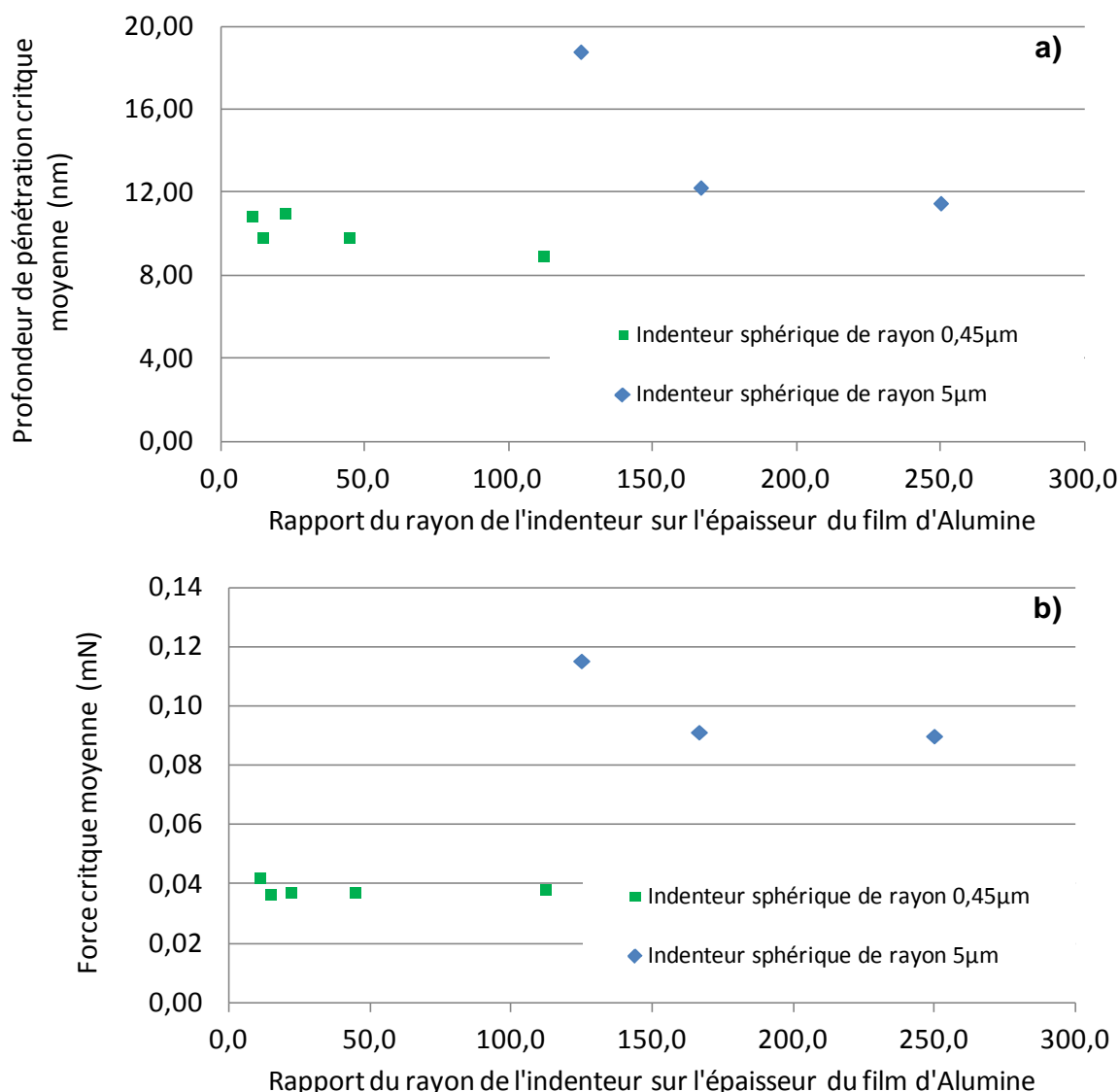
Des coefficients de Weibull compris entre 1 et 3 sont obtenus pour les deux indenteurs sphériques mettant en évidence une forte dispersion des valeurs de force critique  $F_{crit}$  et de profondeur de pénétration critique  $h_{crit}$  mesurées. Rappelons que dans l'étude de [\[CHECHENIN 1995\]](#), des modules de Weibull de 2 à 4 avaient été obtenus. Cette dispersion des valeurs critiques peut être attribuée à la topographie de surface (rugosité, variation locale de l'épaisseur de l'Alumine ALD...), ou encore à la présence des joints de grains dans le film d'Aluminium sous-jacent pouvant influencer la propagation des dislocations et des fissures.

	$R = 0,45\mu m$					$R = 5\mu m$				
	$R/t$	$F_{crit}^0$ (mN)	$m^F$	$h_{crit}^0$ (nm)	$m^h$	$R/t$	$F_{crit}^0$ (mN)	$m^F$	$h_{crit}^0$ (nm)	$m^h$
<b>Natif – 4nm</b>	112,5	0,038	1,62	8,89	1,62	1250	-	-	-	-
<b>ALD – 10nm</b>	45	0,038	1,64	9,80	1,54	500	-	-	-	-
<b>ALD – 20nm</b>	22,5	0,037	1,81	10,96	1,21	250	0,089	2,00	11,48	1,88
<b>ALD – 30nm</b>	15	0,038	1,58	9,81	1,53	166,7	0,091	2,02	12,24	1,56
<b>ALD – 40nm</b>	11,25	0,042	2,14	10,82	1,44	125	0,115	2,26	18,78	2,37
<b>Tableau IV-13 – Valeurs moyennes des paramètres critiques de fissuration et des coefficients de Weibull obtenus à l'aide des relations IV-6 et IV-7, pour les échantillons d'Alumine ALD et d'Alumine native, avec les deux indenteurs sphériques de rayons 0,45 et 5<math>\mu m</math>.</b>										

Par ailleurs, en traçant l'évolution de la profondeur critique moyenne et de la force critique moyenne en fonction du rapport rayon de l'indenteur sur épaisseur du film d'Alumine (cf. Figure IV-63), il apparaît que ces paramètres augmentent avec l'épaisseur du film d'Alumine ALD. Notons toutefois, que dans le cas de l'échantillon avec seulement l'Alumine native, aucune fissure n'a pu être observée avec l'indenteur de rayon 0,45 $\mu m$ . De plus, dans les cas de l'indenteur de rayon 5 $\mu m$  avec l'échantillon d'Alumine ALD épaisse de 10nm, un réseau de fissures avec des « pop-in » de faibles amplitudes est observé comme dans le cas avec l'indenteur de rayon 50 $\mu m$  présenté [Annexe – H](#). Ainsi, aucun paramètre critique (force et profondeur de pénétration) n'est calculé pour des rapports  $R/t$  supérieurs à 500.

En parallèle, les indents résiduels de ces essais d'indentation sont observés au MEB et les diamètres des premières fissures orthoradiales sont mesurés et moyennés à partir de 6 observations MEB. Les valeurs obtenues sont résumées dans le Tableau IV-14. Par manque de temps, aucune valeur n'a pu être mesurée pour les films d'Alumine ALD d'épaisseurs 10, 20 et 30nm avec l'indenteur de rayon 0,45 $\mu m$ .

Un dernier paramètre est étudié dans cette analyse statistique de la fracture de l'Alumine ALD, à savoir l'influence de la vitesse de déformation. Habituellement, les essais d'indentation avec un indenteur conique sont réalisés à une vitesse de déformation de 0,05/s [\[LUCAS 1997\]](#). Dans le cas de l'indentation sphérique, la vitesse de déformation peut être déterminée à partir de la relation II-61 de Tabor, mais dans un souci de simplification, la vitesse de déformation est ici fixée selon la méthode de [\[LUCAS 1997\]](#). Deux séries d'essais d'indentation sont alors réalisées sur des échantillons d'Alumine ALD de 40nm avec l'indenteur de rayon 0,45 $\mu m$ , à des vitesses de déformation respectives de 0,005 et 0,5/s. Les résultats sont ensuite traités statistiquement selon la méthode décrite § IV.3.3.2. Puis, les valeurs moyennes de coefficients de Weibull et de forces et profondeurs d'enfoncement critiques sont ensuite reportées dans le Tableau IV-15 et comparées aux valeurs obtenues précédemment avec une vitesse de déformation de 0,05/s.



**Figure IV-63 – a) Evolution de la profondeur critique moyenne et b) évolution de la force critique moyenne en fonction du rapport rayon de l'indenteur sur épaisseur du film d'Alumine ALD.**

Ces résultats mettent en évidence l'influence de la vitesse de déformation, notamment quand celle-ci est faible (*i.e.* 0,005/s), avec des coefficients de Weibull obtenus relativement faibles, du fait du nombre important d'essais d'indentation sans « pop-in ». Ce résultat est attribué à des mécanismes d'accommodation de la plasticité dans le film d'Aluminium durant la charge, ce qui déclenche une succession de « pop-in » de très faibles amplitudes, lesquels ne sont alors pas détectés par le programme. Enfin, les valeurs obtenues avec un taux de 0,5/s sont sensiblement identiques à celles obtenues avec un taux de 0,05/s.

	$R = 0,45\mu m$	$R = 5\mu m$		
Epaisseur du film d'Alumine ALD	40nm	20nm	30nm	40nm
Diamètre moyen de la première fissure orthoradiale	$(419 \pm 35)\text{nm}$	$(647 \pm 73)\text{nm}$	$(653 \pm 103)\text{nm}$	$(671 \pm 127)\text{nm}$

**Tableau IV-14 – Valeurs moyennes des diamètres des premières fissures orthoradiales, pour différents échantillons d'Alumine ALD, avec les indenteurs sphériques de rayons 0,45 et 5μm.**

Vitesse de déformation (/s)	$R = 0,45\mu m$				
	$F_{crit}^0$ (mN)	$m^F$	$h_{crit}^0$ (nm)	$m^h$	Nombre d'essais sans « pop-in »
0,005	0,03	1,03	6,53	0,82	38 / 64
0,05	0,05	2,14	10,82	1,44	14 / 64
0,5	0,05	1,75	10,52	2,60	3 / 64

**Tableau IV-15 – Valeurs moyennes des paramètres critiques de fissuration et des coefficients de Weibull obtenus à l'aide des relations IV-6 et IV-7, pour l'échantillon d'Alumine ALD de 40nm et l'indenteur sphérique de rayon 0,45 $\mu m$  à différentes vitesses de déformation.**

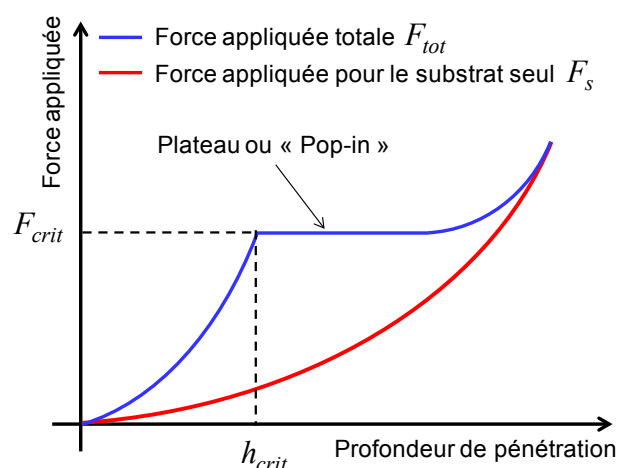
### IV.3.5 Modélisation de la fracture de l'Alumine ALD

L'objectif de la partie suivante est de modéliser la fracture observée dans les films d'Alumine à l'aide des valeurs moyennes de force et de profondeur de pénétration critique relatives au premier « pop-in », obtenues précédemment lors de l'analyse statistique. La modélisation de la fissuration (diamètre de la première fissure orthoradiale) doit permettre de déterminer une valeur de résistance à la traction pour l'Alumine ALD, puis pour l'Alumine native.

#### IV.3.5.1. Modélisation analytique

Une première approche analytique, basée sur les travaux de [BAHR 2003], est utilisée dans cette partie afin d'estimer le diamètre de la fissure. Cette approche consiste à modéliser l'indentation sphérique de l'empilement film d'Alumine sur substrat d'Aluminium par le chargement d'une membrane élastique sur un substrat élastoplastique. Les déformations de la membrane et du substrat sont supposées élastiques à faibles charges et une zone plastique se développe dans le substrat à fortes charges. Ainsi, la force totale  $F_{tot}$  appliquée avant fissuration du film fragile est la somme de la force appliquée sur la membrane  $F_m$  et la force appliquée sur le substrat  $F_s$  :

$$F_{tot} = F_m + F_s \quad \text{IV-8}$$



**Figure IV-64 – Représentation schématique des courbes force-profondeur de pénétration dans le cas de l'indentation sphérique d'un substrat élastoplastique avec ou sans la présence d'un film rigide à la surface.**

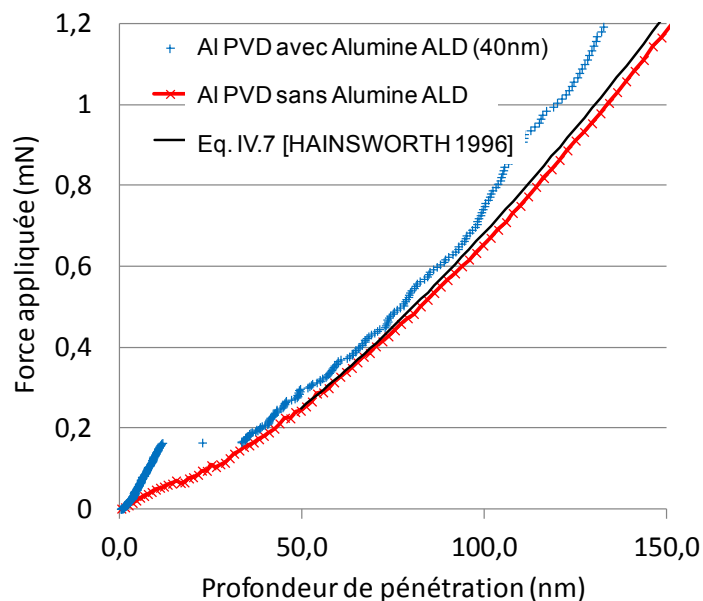
A la fin du « pop-in », si la première fissure orthoradiale dans le film d'Alumine est complète, la force totale appliquée devrait être égale à la force nécessaire pour déformer

élastoplastiquement le substrat d'Aluminium (cf. Figure IV-64). En première approximation selon [HAINSWORTH 1996], la relation force-profondeur de pénétration pour l'indentation sphérique d'un matériau massif, peut être décrite à l'aide de la loi empirique suivante :

$$F_s = Kh^n \quad \text{IV-9}$$

où  $K$  et  $n$  sont deux constantes empiriques. Ces constantes sont ajustées par la méthode des moindres carrés à partir de courbes expérimentales force-profondeur de pénétration obtenues lors d'essais d'indentation sphérique avec des indenteurs de rayons 0,45 et 5  $\mu\text{m}$ , sur un empilement Al/SiO<sub>2</sub>/Si (cf. Figure IV-65). La couche d'oxyde natif est négligée et l'ajustement se fait pour des enfoncements compris entre 50 et 150 nm. Les valeurs des constantes obtenues sont caractéristiques d'un mode de déformation élastoplastique étant donné qu'elles sont inférieures à 3/2 (valeur caractéristique d'une déformation purement élastique selon la théorie du contact de Hertz cf. § II.2.1.1). Ces valeurs sont résumées dans le Tableau IV-16.

$R = 0,45 \mu\text{m}$ avec Al PVD	$K$ (mN/ $\mu\text{m}$ )	0,4
	$n$	1,35
$R = 5 \mu\text{m}$ avec Al PVD	$K$ (mN/ $\mu\text{m}$ )	0,9
	$n$	1,44
<b>Tableau IV-16 – Valeurs des paramètres <math>K</math> et <math>n</math> calculées pour les indenteurs sphériques de 0,45 <math>\mu\text{m}</math> et 5 <math>\mu\text{m}</math>, dans le cas du film mince d'Aluminium PVD.</b>		



**Figure IV-65 – Courbes force-profondeur de pénétration obtenues dans le cas de l'indentation sphérique (indenteur de rayon 5  $\mu\text{m}$ ) d'échantillons d'Aluminium PVD avec et sans Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ALD.**

Pour décrire ensuite la déformation de la membrane (*i.e.* le film rigide d'Alumine), la relation de force-déplacement proposée par [TIMOSHENKO 1959] est utilisée (cf. Equation IV-10). Le problème du chargement de la membrane est alors équivalent au problème d'une charge ponctuelle appliquée au centre d'une plaque circulaire fixée à son bord, avec un rayon  $a_m$  proportionnel à la force appliquée. Par conséquent, la force totale  $F_m$  supportée par la membrane est estimée comme étant la somme des charges appliquées respectivement pour le fléchissement et l'étirement de la membrane :

$$F_m = \frac{\pi}{a_m^2} \left[ \frac{16Et^3}{12(1-\nu^2)} h + \frac{191}{648} Eth^3 \right] \quad \text{IV-10}$$

avec  $E$ ,  $\nu$  et  $t$  respectivement le module d'Young, le coefficient de Poisson et l'épaisseur du film d'Alumine donnés Tableau IV-11. La variable  $h$  est ici la profondeur de pénétration de l'indenteur mesurée lors de l'essai d'indentation. En combinant les équations IV-8 et IV-10, le rayon de la membrane  $a_m$  peut être exprimé selon l'équation suivante :

$$a_m = \left( \frac{\pi}{(F_{tot} - Kh^n)} \left[ \frac{16Et^3}{12(1-\nu^2)} h + \frac{191}{648} Eth^3 \right] \right)^{1/2} \quad \text{IV-11}$$

Il suffit ensuite pour déterminer  $a_m$ , de prendre comme valeurs pour  $F_{tot}$  et  $h$ , les valeurs moyennes critiques de force et de profondeur de pénétration obtenues statistiquement, données Tableau IV-13 et de prendre pour  $K$  et  $n$  les valeurs données Tableau IV-16. Une fois le rayon de la membrane calculé, il est possible de déterminer grossièrement la contrainte normale radiale totale de surface  $\sigma_{xx,rupt}$  dans le film d'Alumine avant fissuration à l'aide de l'équation suivante :

$$\sigma_{xx,rupt} = \alpha_r E \frac{h^2}{a_m^2} + \beta_r Et \frac{h}{a_m^2} \quad \text{avec } \alpha_r = 0,357 \text{ et } \beta_r = 2,198 \quad \text{IV-12}$$

où  $\alpha_r$  et  $\beta_r$ , sont des constantes données par [TIMOSHENKO 1959], puis  $E$  et  $t$  respectivement le module d'Young et l'épaisseur du film d'Alumine. La variable  $h$  est ici à nouveau la profondeur de pénétration de l'indenteur au moment de la fissuration de l'Alumine, autrement dit la valeur moyenne critique de profondeur de pénétration  $h_{crit}$  obtenue statistiquement (cf. Tableau IV-13).

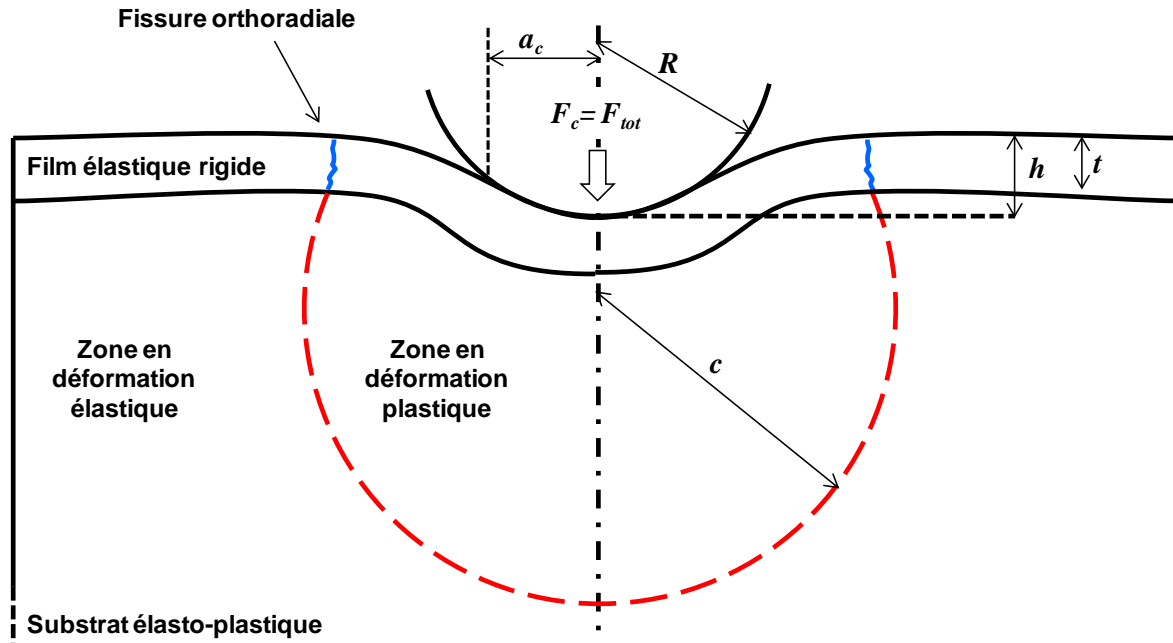


Figure IV-66 – Vue schématique en coupe d'un essai d'indentation sphérique dans un empilement d'un film mince rigide sur un substrat élastoplastique, avec l'hypothèse que le rayon de la zone plastique est égal à celui de la fissure orthoradiale.

Avec cette approche, Bahr *et al.* ont trouvé une résistance à la rupture (contrainte radiale limite appliquée) de 10GPa pour un oxyde thermique d'Aluminium épais de 120nm [BAHR 2003],



en prenant comme hypothèse que le module d'Young de l'Alumine thermique est de 411GPa. Dans ce travail, l'oxyde a été formé sur un substrat d'Aluminium massif à 425°C durant 36 minutes et les essais d'indentation ont été réalisés avec un indenteur Berkovich. Toutefois, Bahr *et al.* n'observent aucun « pop-in » sur les courbes force-déplacement pour le même oxyde, alors épais de 60nm, sur un film mince d'Aluminium. Dans ce dernier cas, Bahr *et al.* mettent en cause l'effet des oscillations de l'indenteur, dû au mode CSM appliqué lors de l'étape de chargement des essais d'indentation.

Une seconde approche analytique, basée sur les travaux de [ZIELINSKI 1993] et [KRAMER 2001], est utilisée dans cette partie afin d'estimer le diamètre de la fissure. Dans cette approche, on émet l'hypothèse que la première fissure orthoradiale dans l'Alumine se crée, au niveau de la cavité sphérique en déformation plastique se développant dans le film d'Aluminium sous-jacent (cf. Figure IV-66). Le rayon  $c$  de cette cavité sphérique peut être estimé à l'aide de la relation suivante [ZIELINSKI 1993] :

$$c = \sqrt{\frac{3F_s}{2\pi\sigma_e}} \quad \text{IV-13}$$

avec  $F_s$  la force appliquée pour déformer plastiquement le film d'Aluminium et calculée à partir de l'équation IV-9 pour chaque indenteur et  $\sigma_e$  la limite d'élasticité de l'Aluminium, estimée équivalente à la limite d'élasticité représentative  $\sigma_R$  évaluée à partir de la relation de [TABOR 1951], comme étant le tiers de la dureté de l'Aluminium, soit environ 0,09GPa (cf. Tableau IV-10).

La déformation plastique dans le film d'Aluminium est due à la nucléation de dislocations, lesquelles selon [KRAMER 2001] glissent jusqu'à l'interface  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}$ , puis s'accumulent pour former un bourrelet ou « pile-up », favorisant ainsi la fissuration du film fragile d'Alumine, en mettant le film en tension (cf. Figure IV-67). Une théorie similaire avait déjà été proposée par [GROSSKREUTZ 1969], afin d'expliquer la formation de fissures dans des films d'oxyde anodique d'Aluminium, lors d'essais de traction. Selon Grosskreutz, pour des substrats se déformant par glissement, les fissures apparaissent au niveau des lignes ou des bandes de glissement dans le revêtement fragile, lorsque des contraintes en tension supérieures à la limite à la rupture du matériau sont atteintes. Grosskreutz observe par ailleurs, que plus le film fragile est mince, et plus la fracture se produit pour des petites déformations et est prépondérante devant la délamination.

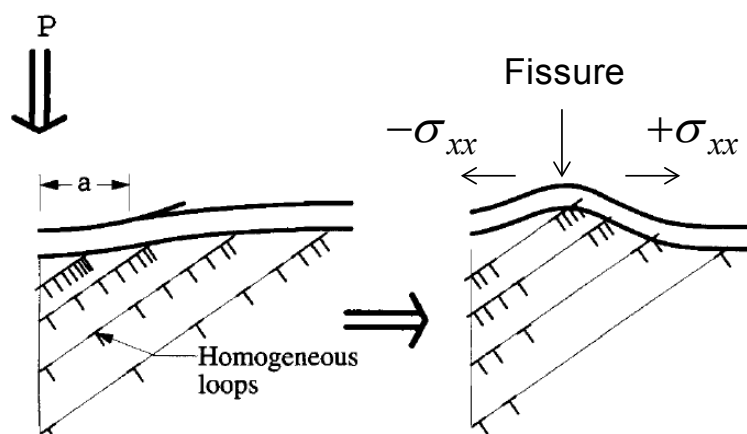
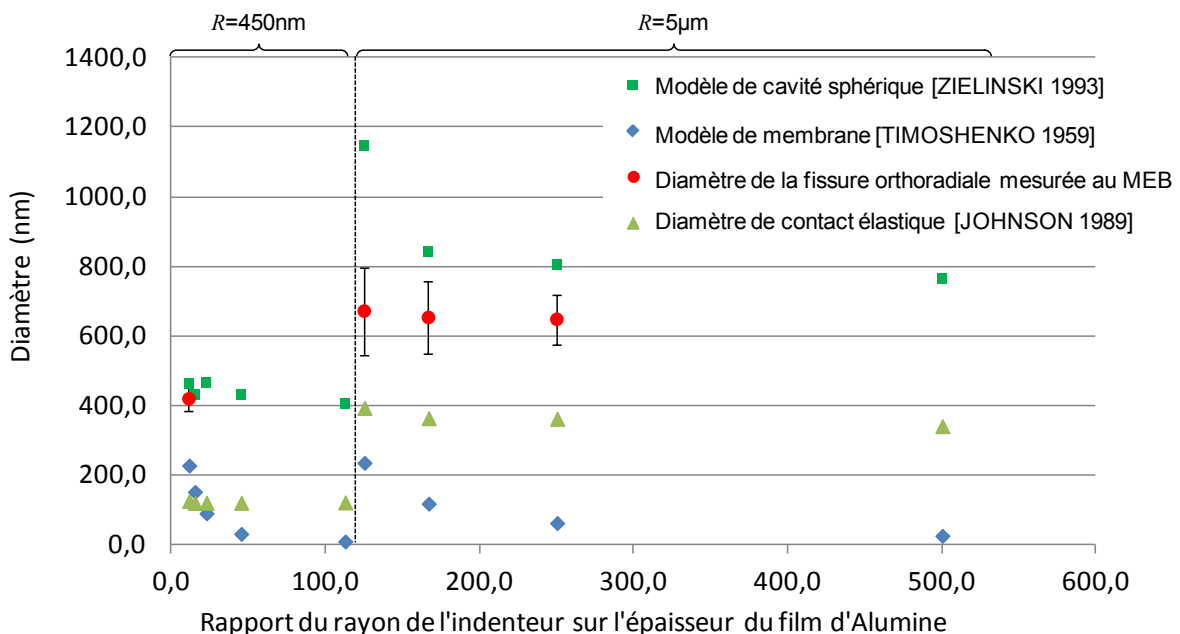


Figure IV-67 – Schématisation de la formation sous le contact de dislocations coins et de l'accumulation sous la surface, formant ainsi un bourrelet circulaire propice à fissuration de l'oxyde natif en accentuant les contraintes normales radiales  $\sigma_{xx}$  [KRAMER 2001].

Les diamètres des fissures orthoradiales mesurés au MEB et donnés Tableau IV-14, sont ensuite comparés aux valeurs obtenues pour le diamètre de la membrane équivalente à l'aide de l'équation IV-11, aux valeurs calculées pour le diamètre de la cavité sphérique avec l'équation IV-13, ainsi qu'aux valeurs des diamètres de contact élastique calculés à l'aide de la relation de Hertz (cf. Equation II-33). Dans un contact purement élastique, la contrainte de traction est maximale au niveau du rayon de contact (cf. [Annexe – A](#)). L'ensemble des résultats obtenus est reporté Figure IV-68. Les diamètres des fissures orthoradiales dans le cas de l'indenteur sphérique de 0,45µm sont en adéquation avec les diamètres des cavités sphériques calculés et sont 10 à 25% plus importants dans le cas de l'indenteur sphérique de rayon 5µm, mais restent pour les deux indenteurs supérieurs aux diamètres des contacts élastiques.

Les diamètres des membranes équivalentes calculés avec le modèle de [TIMOSHENKO 1959](#) ne sont pas du tout en accord avec les valeurs de diamètres des fissures observées au MEB. Toutefois, en injectant les diamètres des fissures orthoradiales dans l'équation IV-12 du modèle de [TIMOSHENKO 1959](#), des valeurs de contraintes radiales à la rupture comprises entre 0,7 et 3GPa, fonction du rapport  $R/t$  sont évaluées (cf. Figure IV-69). Notons que ces valeurs sont inférieures à la valeur de résistance à la rupture de 10GPa estimé par [BAHR 2003](#) pour un oxyde d'Aluminium thermique. Toutefois, les valeurs analytiques calculées ne sont pas constantes, car elles sont obtenues à partir de la profondeur d'enfoncement critique à laquelle apparaît le « pop-in ». Or, dans l'état actuel des choses, il est impossible de savoir si la fissure orthoradiale se forme au début du « pop-in » ou à une profondeur plus importante sur le palier. Il est d'ailleurs difficile de déterminer si la fissure se crée instantanément sur toute la circonférence ou si elle se crée par une propagation progressive de type « channel cracking » [HUTCHINSON 1992](#). Afin de confirmer la corrélation entre le rayon de la zone plastique sous l'indenteur et le rayon de la première fissure orthoradiale dans l'Alumine, puis les premières estimations analytiques de résistance à la rupture pour l'Alumine ALD, des simulations par la méthode des éléments finis sont réalisées à partir des résultats expérimentaux obtenus.

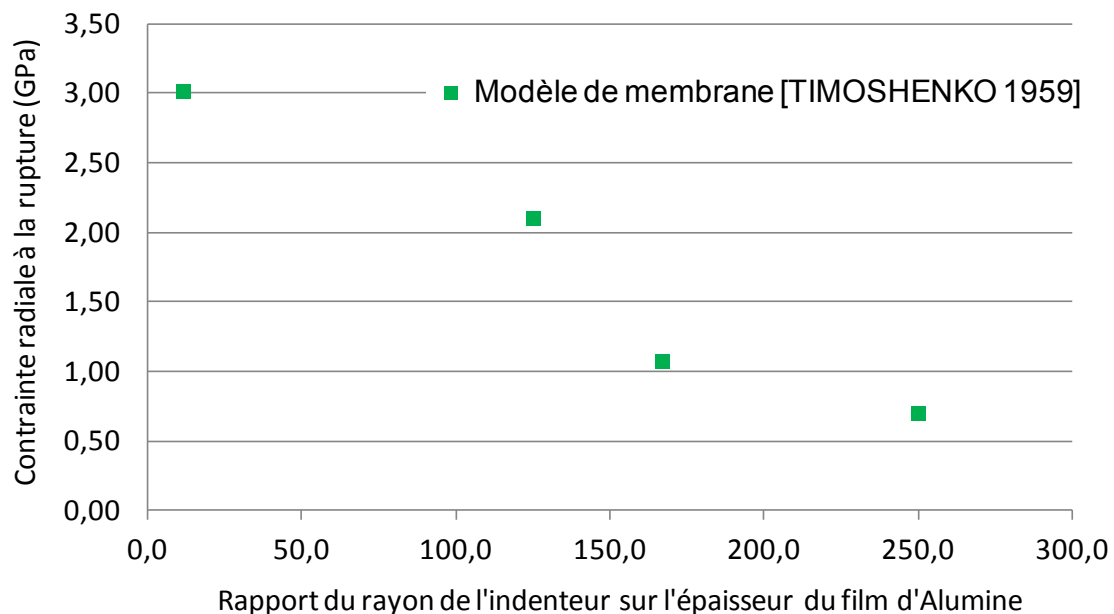


**Figure IV-68 –Evolution et comparaison avec différents modèles, du diamètre de la fissure orthoradiale dans l'Alumine ALD observée au MEB en fonction du rapport du rayon de l'indenteur sur l'épaisseur du film d'Alumine.**

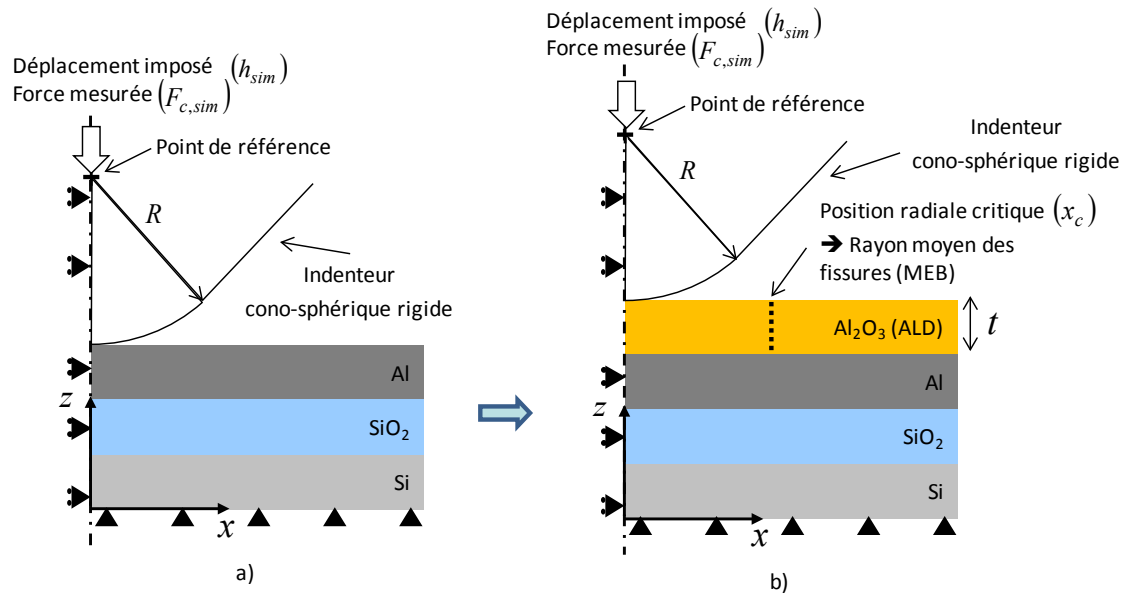
#### IV.3.5.2. Simulation par la méthode des éléments finis

De nombreux auteurs ont cherché à modéliser numériquement l'indentation sphérique d'un film rigide sur un substrat élastoplastique [WEPPPELMANN 1996], [SOUZA 1999], [ABDUL-BAQUI 2001], [SOUZA 2001 1], [SOUZA 2001 2], [ABDUL-BAQUI 2002], [SRIRAM 2003], [VANIMISETTI 2006] et [FAN 2011], tout en faisant varier un certains nombres de paramètres tels que les effets des contraintes résiduelles, l'épaisseur du film élastique fragile, la distribution des fissures orthoradiales, ou encore la délamination du film élastique fragile...

Dans notre cas d'étude, une première étape de modélisation numérique est consacrée à la caractérisation de l'écrouissage du film d'Aluminium PVD sous le film d'Alumine ALD (cf. Figure IV-70-a). Cette modélisation se base directement sur la méthodologie décrite § IV.1.3, à la différence qu'ici deux indenteurs cono-sphériques sont utilisés de rayons respectifs 0,45 et 5 $\mu$ m. Puis, une deuxième étape de modélisation numérique est réalisée, afin de reproduire l'indentation sphérique de l'empilement d'Alumine ALD sur Aluminium PVD et d'extraire des valeurs de contrainte à la rupture pour l'Alumine ALD (cf. Figure IV-70-b).



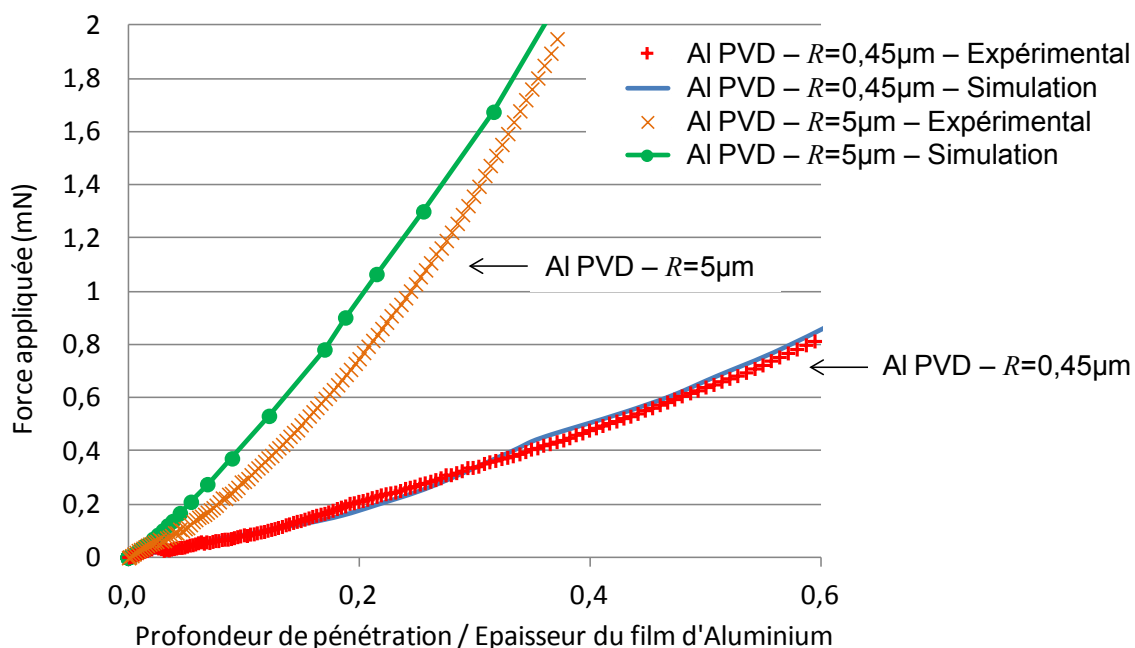
**Figure IV-69 – Evolution de la contrainte normale radiale à la rupture  $\sigma_{xx,rupt}$  pour l'Alumine ALD, calculée à l'aide du modèle de membrane [TIMOSHENKO 1959] et des diamètres des fissures orthoradiales obtenus au MEB.**



**Figure IV-70 – Schématisations des modélisations numériques de l'essai d'indentation sphérique a) sur un empilement Al/SiO<sub>2</sub>/Si et b) sur un empilement Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al/SiO<sub>2</sub>/Si.**

Dans le cas de l'indentation avec l'indenteur cono-sphérique de rayon moyen 5µm, la boîte de calcul est redimensionnée selon l'équation IV-5, avec une taille totale de 50 par 50µm, afin d'éviter les effets de bords. Le maillage est lui aussi modifié afin de conserver la même taille d'éléments dans la zone de contact que dans le cas avec l'indenteur de rayon moyen 0,45µm. Les propriétés utilisées lors de ces simulations pour le substrat de Silicium et l'oxyde thermique sont données Tableau IV-5 et pour l'Aluminium PVD Tableau IV-10. Ces trois matériaux sont supposés isotropes. Le contact entre l'indenteur et le film d'Al(Cu) est défini comme « dur » et sans friction, et l'interface entre le film d'Al et l'oxyde thermique est considérée comme parfaite (pas de délamination autorisée).

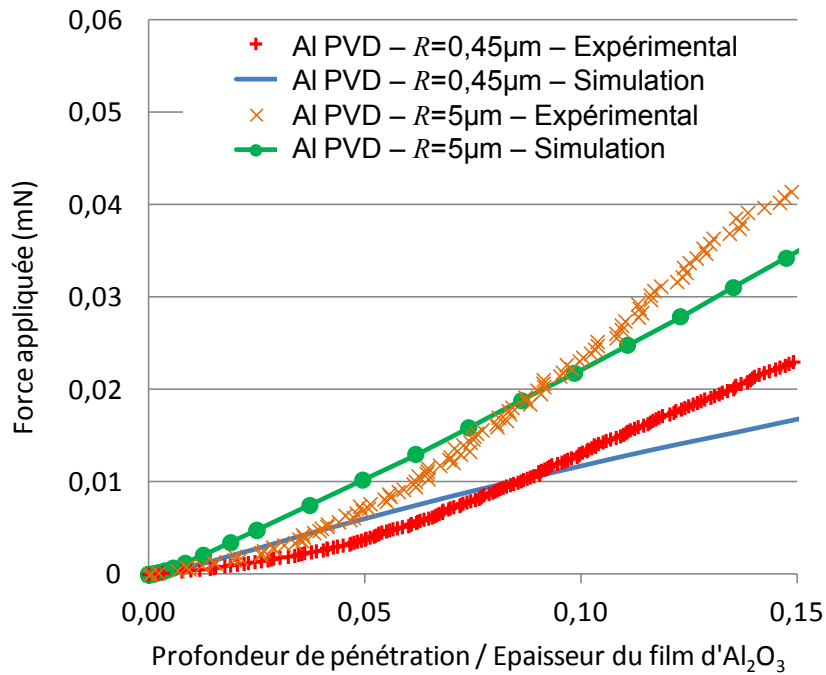
Les courbes force-déplacement obtenues après optimisation avec les deux indenteurs sont données Figure IV-71 et l'ensemble des paramètres d'écrouissage pour l'échantillon d'Aluminium PVD est résumé Tableau IV-17. Un coefficient d'écrouissage de 0,08 et une limite d'élasticité de 65MPa sont déterminés à la suite de ces simulations numériques. Ces valeurs sont alors injectées dans la modélisation numérique de l'indentation sphérique de l'empilement d'Alumine ALD sur Aluminium PVD (cf. Figure IV-70-b). Le film d'Alumine est supposé être isotrope et avoir un comportement élastique fragile (cf. Figure II-8). Les propriétés élastiques utilisées pour les simulations sont celles de l'Alumine ALD, données Tableau IV-11. Le contact entre l'indenteur et le film d'Alumine est défini comme « dur » et sans friction, et l'interface entre le film d'Alumine et le film d'Al(Cu) est considérée comme parfaite (pas de délamination autorisée), à la vue des résultats de rayage (cf. § IV.3.2.1). L'épaisseur d'Alumine varie selon l'échantillon modélisé et un maillage fin est adapté afin d'avoir au moins 7 éléments triangulaires dans l'épaisseur d'Alumine. A l'épaisseur de l'Alumine ALD, sont ajoutés les 4nm d'Alumine native, en supposant que les comportements mécaniques des deux types d'Alumines sont identiques. Les courbes force-déplacement obtenues avant apparition du « pop-in » avec les deux indenteurs sont données Figure IV-72. Aucun ajustement n'est réalisé et les courbes expérimentales sont moyennées sur 64 essais d'indentation. L'écart observé entre les courbes expérimentales et numériques est attribué à la non-prise en compte de la rugosité du film d'Alumine et des imperfections de l'indenteur dans les simulations numériques.



**Figure IV-71 – Comparaison des courbes force-déplacement obtenues expérimentalement en indentation sphérique et numériquement sur l'empilement Al/SiO<sub>2</sub>/Si.**

	$\sigma_e$	$K_1$	$n_1$
Echantillon d'Al PVD	65MPa	0,11GPa	0,08
<b>Tableau IV-17 – Tableau récapitulatif des valeurs des paramètres d'écrouissage obtenues lors des simulations numériques pour l'échantillon d'Al PVD, avec les deux indenteurs cono-sphériques.</b>			

Il est important de souligner que dans les simulations par la méthode des éléments finis de Weppelmann et Swain, l'influence du rapport  $R/t$  ( $R$  étant le rayon de l'indenteur sphérique et  $t$  l'épaisseur du film fragile) a été mise en évidence sur les mécanismes de fissurations [WEPPELMANN 1996]. Leur conclusion a été que la contribution du mode I (cf. Figure II-10) est prédominante dans les premières étapes de la propagation de fissures, lors d'essais d'indentation sphérique d'un film fragile sur substrat élastoplastique, pour des rapports  $R/t$  supérieurs à 2. Ce résultat a été confirmé un peu plus tard au travers de simulations numériques d'essais d'indentation sphérique d'un film rigide déposé sur un substrat élastoplastique d'Aluminium, par [SOUZA 1999], [SOUZA 2001\_1] et [SOUZA 2001\_2]. Le mode I de fissuration est piloté par la contrainte radiale  $\sigma_{xx}$  et Weppelmann *et al.* et Souza *et al.* ont montré que cette contrainte est en traction à la surface du film fragile.



**Figure IV-72 – Comparaison des courbes force-déplacement obtenues expérimentalement en indentation sphérique et numériquement sur l'empilement Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al/SiO<sub>2</sub>/Si, avant « pop-in ».**

Ainsi, seule la contrainte radiale  $\sigma_{xx}$  est étudiée à la position radiale critique  $x_c$  (équivalente au rayon des fissures orthoradiales donnés Tableau IV-14), lors des simulations numériques effectuées avec l'empilement Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al/SiO<sub>2</sub>/Si, étant donné que dans notre cas, les rapports  $R/t$  sont compris entre 11,25 et 250. La contrainte radiale prise à la surface du film d'Alumine est alors donnée en fonction du rapport force appliquée sur force critique Figure IV-73. Pour un rapport de force appliquée sur force critique égal à 1, les valeurs de contraintes radiales sont comprises entre 1,13 et 1,42 GPa. Les valeurs de ces contraintes critiques sont comparées aux valeurs obtenues à l'aide du modèle de membrane de [TIMOSHENKO 1959] Figure IV-74. Il semble que les valeurs de contrainte à la rupture obtenues avec les simulations numériques soient relativement constantes et proches des valeurs analytiques obtenues avec le modèle de membrane, bien que ces dernières s'étalent entre 0,7 et 3 GPa. Cet écart peut être expliqué du fait que le modèle de membrane est un modèle de charge ponctuelle ne prenant pas en compte la répartition de la charge sous l'indenteur sphérique.

Les diamètres des fissures orthoradiales sont ensuite confrontés aux valeurs de diamètres de contact et de diamètres de la zone en déformation plastique dans le film mince d'Aluminium Figure IV-75. Les résultats obtenus confirment le résultat analytique : la fissure orthoradiale se forme entre la zone de contact avec l'indenteur et la zone plastique dans le film mince d'Aluminium (cf. Figure IV-76). Ce résultat est différent de celui de Bahr *et al.* obtenu dans le cas d'un empilement Alumine sur Aluminium massif, avec une fissure orthoradiale de même rayon que la cavité en déformation plastique dans le substrat d'Aluminium [BAHR 2003]. En conclusion, une gamme de contraintes normales à la rupture de 1 à 1,5 GPa a été déterminée pour l'Alumine ALD, à l'aide d'un traitement statistique de données expérimentales obtenues lors d'essais d'indentations sphériques, couplé à des modélisations analytiques et numériques du problème. En prenant une erreur de  $\pm 20\%$  sur la valeur de la force critique, cette gamme de contraintes normales à la rupture s'étend de 0,5 à 2 GPa, correspondant à une gamme de déformations à la rupture de 0,3 à 1,4% (en prenant la valeur du module d'Young pour l'Alumine ALD donné Tableau IV-11). Cette gamme de déformations coïncide avec les valeurs de déformation à la rupture de films d'Alumine ALD déposés à 150°C (0,5 à 2,4% fonction de l'épaisseur du film),

mesurées par [JEN 2011] au travers d'essais de traction. Néanmoins, il est difficile d'étendre ces valeurs de limite à la rupture à l'oxyde natif d'Aluminium. Avant de clore cette partie sur la caractérisation mécanique de l'Alumine ALD, une étude sur l'extrusion de l'Aluminium au travers de fissures est réalisée.

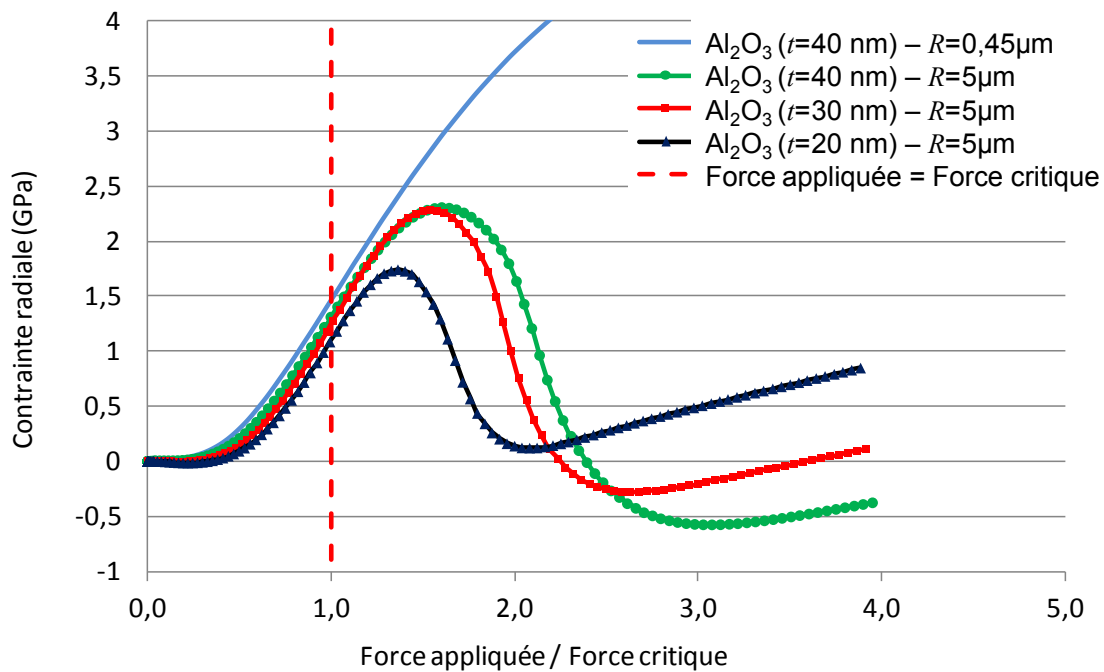


Figure IV-73 – Evolution de la contrainte normale radiale ( $\sigma_{xx}$ ) à la surface de l'Alumine et à la position radiale critique, en fonction de la force appliquée.

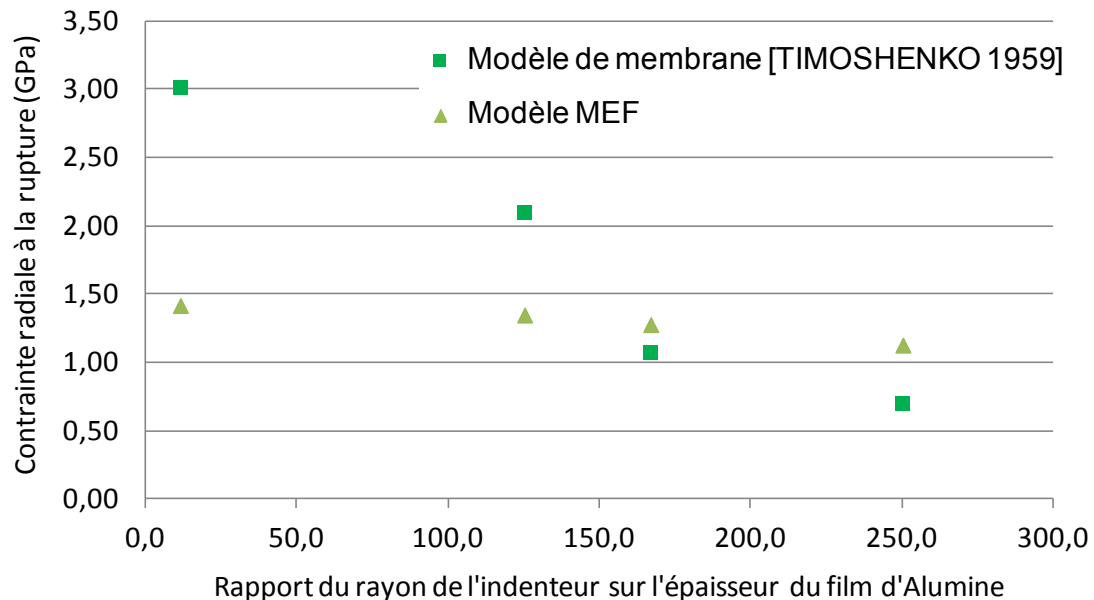


Figure IV-74 – Evolution de la contrainte normale radiale à la rupture ( $\sigma_{xx,rupt}$ ) pour l'Alumine ALD, obtenue numériquement (MEF) et analytiquement [TIMOSHENKO 1959].

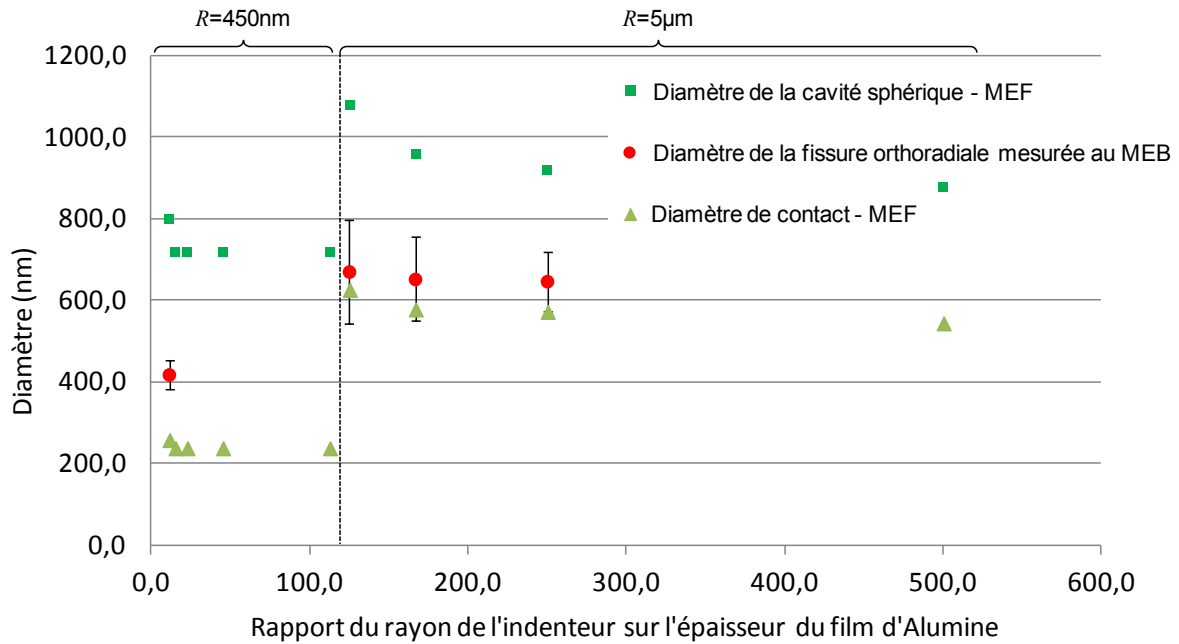


Figure IV-75 – Evolution du diamètre de la fissure orthoradiale dans l'Alumine ALD observée au MEB en fonction du rapport du rayon de l'indenteur sur l'épaisseur du film d'Alumine, comparée aux différents diamètres obtenus en simulations numériques.

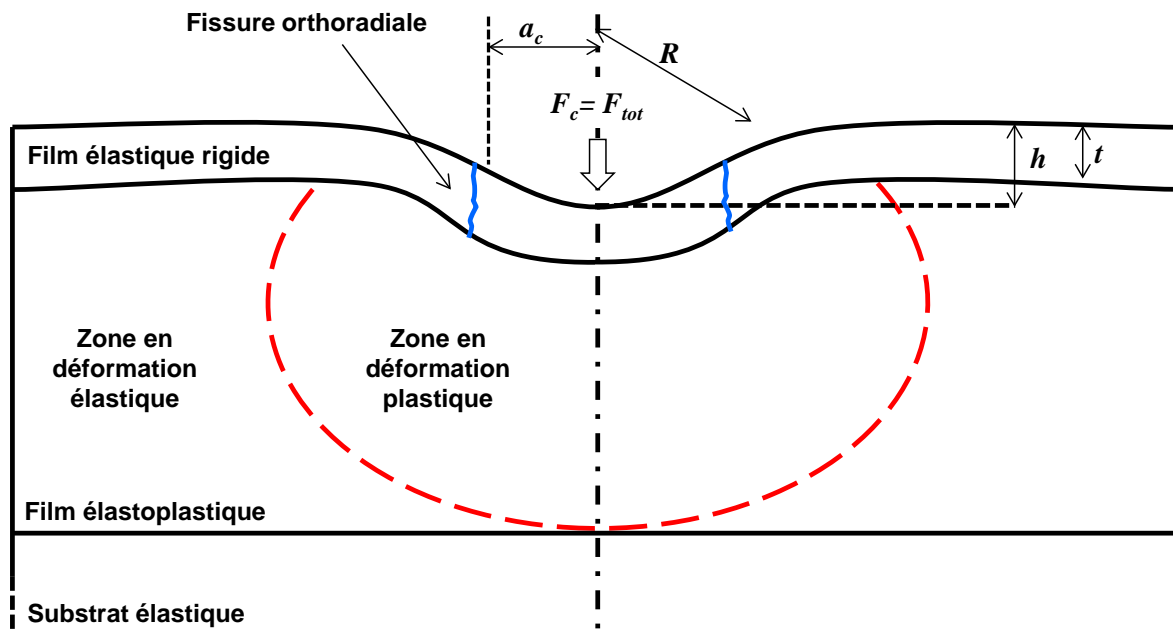


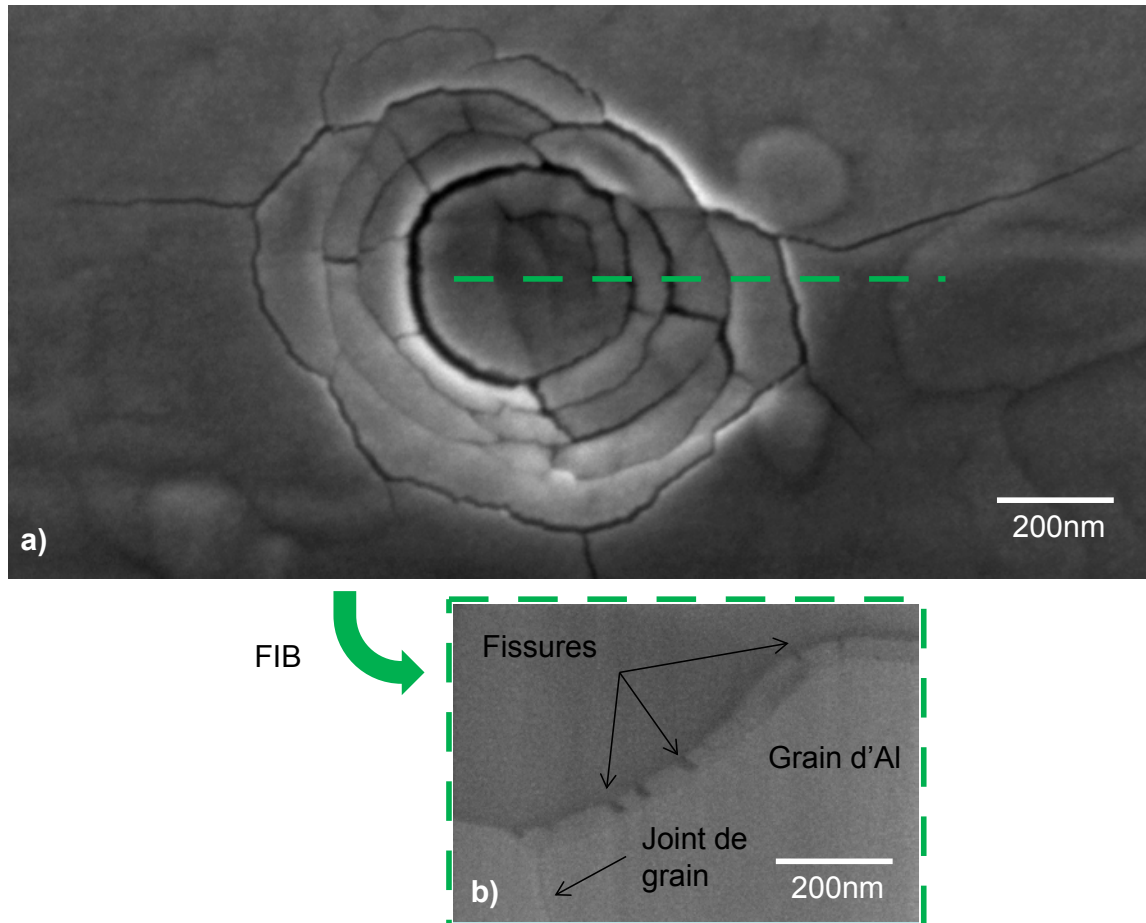
Figure IV-76 – Vue schématique en coupe d'un essai d'indentation sphérique dans un empilement d'un film mince élastique rigide sur un substrat élastoplastique.

#### IV.3.6 Phénomène d'extrusion

Cette dernière partie sur la fissuration de l'Alumine a pour objet l'étude du phénomène d'extrusion de l'Aluminium au travers des fissures. Rappelons qu'une des hypothèses de départ de ce travail de thèse consiste à supposer que le contact métallique entre le microinsert de Nickel et le film d'Al(Cu) se forme par extrusion de Ni et d'Al(Cu) au travers de fissures créées



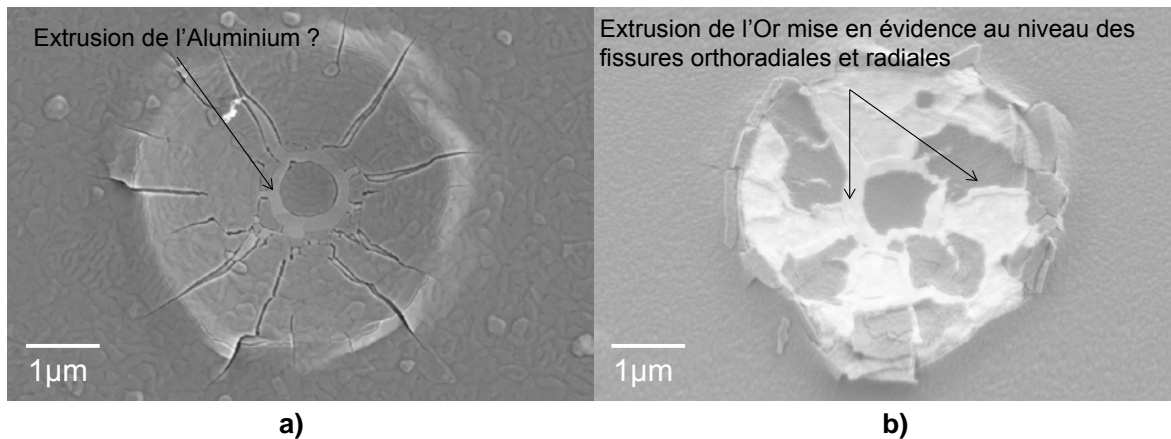
respectivement dans chaque oxyde natif [TRIPP 1967], [MOHAMED 1975] et [SLADE 1999]. Afin de vérifier cette hypothèse, un essai d'indentation est réalisé sur un échantillon d'Alumine ALD sur film d'Aluminium, puis observé en coupe au MEB après une étape de gravure ionique réalisée à l'aide d'un FIB. L'échantillon utilisé est un film d'Alumine ALD épais de 40nm, identique aux échantillons décrits Figure IV-37 et l'essai d'indentation est réalisé avec un indenteur sphérique de rayon 0,45 $\mu$ m. L'essai est réalisé avec un chargement monotone à une vitesse de déformation de 0,05/s, jusqu'à une profondeur de pénétration maximale de 200nm. L'observation MEB de dessus et l'observation MEB transversale après gravure ionique au FIB de l'indent réalisé sont illustrées Figure IV-77.



**Figure IV-77 – Observations MEB d'un indent profond de 200nm dans un film mince d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  ALD d'épaisseur 40nm déposé sur de l'Aluminium, obtenus avec un indenteur sphérique de rayon 0,45 $\mu$ m : a) vue de dessus et b) vue transversale après gravure au FIB.**

Malheureusement, ces observations MEB ne permettent pas de mettre en évidence l'extrusion de l'Aluminium sous-jacent au travers des fissures créées dans le film d'Alumine ALD. Il semble que dans ce cas, la largeur des fissures ne soit pas suffisante pour laisser remonter l'Aluminium. D'autres indents ont alors été réalisés à des profondeurs de pénétration plus importantes, mais n'ont pas pu être observés transversalement, par manque de temps. Néanmoins, des essais d'indentation avec un indenteur sphérique de rayon 5 $\mu$ m sont réalisés sur des échantillons d'Alumine ALD sur film d'Aluminium ou sur film d'Or, puis observés de dessus au MEB. Les essais sont réalisés avec un chargement monotone à une vitesse de déformation de 0,05/s, jusqu'à une profondeur de pénétration maximale de 500nm. Les échantillons utilisés sont des films d'Alumine ALD épais de 40nm sur des films PVD d'Aluminium ou d'Or épais de 500nm. Ce film d'Or est identique à celui présenté chapitre III lors de la validation du modèle multicouche

(cf. § II.1.2.4). Le module d'Young et la dureté de ce film mince d'Or PVD sont obtenus par nanoindentation Berkovich est valent respectivement 74GPa et 1,5GPa. Les observations MEB des indents résiduels pour chaque échantillon sont données Figure IV-78.



**Figure IV-78 – Observations MEB en électrons rétrodiffusés, d'indents réalisés à une profondeur de pénétration de 500nm avec un indenteur sphérique de rayon 5µm, dans un film mince d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ALD d'épaisseur 40nm, déposé respectivement sur des films a) d'Aluminium et b) d'Or.**

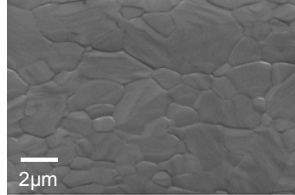
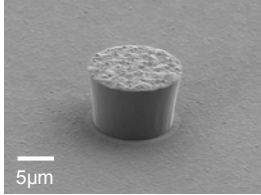
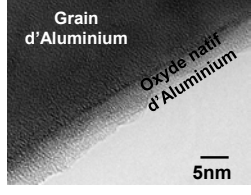
Des fissures sont alors visibles dans le cas de l'échantillon Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(ALD) sur Al, et plus particulièrement la fissure orthoradiale avec une partie plus claire supposée correspondre à l'extrusion de l'Aluminium, du fait du contraste chimique obtenu avec les électrons rétrodiffusés. Dans le cas de l'échantillon Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (ALD) sur Au, le scénario de fissuration de l'Alumine est identique à celui décrit pour l'échantillon Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (ALD) sur Al (cf. Figure IV-58), avec la formation d'une fissure orthoradiale, puis de fissures radiales. L'Alumine n'adhérant relativement pas très bien à l'Or [\[EVANS 1999\]](#), des morceaux d'Alumine restent sur l'indenteur en diamant, révélant ainsi l'extrusion de l'Or au niveau des fissures. Cette dernière observation étaye l'hypothèse du phénomène d'extrusion d'un métal élastoplastique au travers de fissures dans un film fragile.

### Conclusion

Cette dernière partie sur la caractérisation de l'oxyde d'Aluminium a permis d'obtenir une estimation des valeurs de module d'Young (environ 100 à 200GPa) et de dureté (environ 4 à 10GPa) pour l'Alumine native, à partir de résultats obtenus lors d'essais d'indentation sur de l'Alumine ALD en couche plus épaisse. Une analyse fine de la fissuration de l'Alumine ALD a ensuite été réalisée et couplée à des modélisations analytiques et numériques. Des valeurs de limite à la rupture d'environ 1 à 1,5GPa ont pu être déterminées. Malheureusement, ne pouvant mesurer précisément la longueur des fissures orthoradiales observées dans l'Alumine ALD lors des essais d'indentation sphérique, aucune valeur de ténacité n'a pu être calculée. Enfin, le phénomène d'extrusion du métal au travers des fissures dans un film d'Alumine ALD épais de 40nm a été mis en évidence.

### Conclusion

En conclusion de ce chapitre IV sur la caractérisation mécanique des matériaux de contact, un bilan récapitulatif est dressé Tableau IV-18, résumant l'ensemble des résultats microstructuraux et mécaniques pour chaque matériau.

	Film d'Al(Cu)	Microinsert de Nickel	Alumine native
Composition	Al(Cu wt-0,5%)	Ni	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Observation microscopique			
Type de dépôt (conditions)	PVD (Ech. A : 200°C) (Ech. B et C : 450°C)	ECD (1,8A/dm <sup>2</sup> )	Formation à l'air libre (T et P ambiante)
Morphologie	Epaisseur ≈ 650nm	Hauteur ≈ 8-10µm Diamètre ≈ 12µm	Epaisseur ≈ 4nm
Taille de grain & Texture	Ech. A : 1,2µm Ech. B : 4,5µm Ech. C : 5,8µm Texture de fibre {111}	-	Amorphe
Rugosité	Ech. A : 4,1nm RMS Ech. B : 5,6nm RMS Ech. C : 13,4nm RMS	hauteur ≈ 15nm rayon de courbure moyen ≈ (260 ± 170)nm	2,7nm RMS (pour un film d'Al PVD épais de 500nm)
Contraintes résiduelles	Ech. A : 355,1MPa Ech. B : 212,7MPa Ech. C : 197,4MPa	-	RPB ≈ 1,28 <sup>1</sup> (oxyde en compression et stable)
Module d'Young	Ech. A : 53GPa Ech. B : 52GPa Ech. C : 52GPa	216GPa	100 à 200GPa
Coefficient de Poisson	0,342 <sup>2</sup>	0,302 <sup>3</sup>	0,24 <sup>4</sup>
Dureté	Ech. A : 0,25GPa Ech. B et C : 0,19GPa	3GPa	4 à 10GPa
Limite d'élasticité	Ech. A : 62MPa Ech. B et C : 46MPa	-	-
Coefficient d'écrouissage (Hollomon)	Ech. A, B et C : 0,09	-	-
Contrainte normale à la rupture	-	-	1 à 1,5GPa pour de l'Alumine ALD (85°C)
<b>Tableau IV-18 – Tableau récapitulatif des microstructures et des propriétés mécaniques des matériaux de contact étudiés.</b>			

<sup>1</sup>[PILLING 1922]

<sup>2</sup>[ZHAO 2 2000]

<sup>3</sup>[LEVY 2001]

<sup>4</sup>[TRIPP 2006]

## ***Chapitre V - Analyse du contact électrique***

### Introduction

Ce dernier chapitre est dédié à l'analyse du contact mécanique et électrique entre le microinsert de Nickel et le film mince d'Al(Cu). Dans le but de simplifier le problème, la première partie de ce chapitre est consacrée à la compréhension de la formation du contact électrique dans le cas métal-oxyde-métal avec une configuration géométrique sans singularité (absence d'angle vif). Le cas d'étude pour cette analyse se résume à la compression de films minces d'Aluminium déposés à la surface de barreaux croisés. Avec les résultats obtenus, un scénario de formation du contact électrique est proposé, puis plusieurs paramètres expérimentaux sont étudiés. Enfin, une modélisation analytique du problème permet d'estimer des valeurs de limite à la rupture de l'Alumine native.

Les résultats obtenus dans le chapitre IV et dans la première partie de ce chapitre sont ensuite utilisés dans la deuxième partie de ce chapitre V, afin d'interpréter les mécanismes de fissuration d'oxyde à l'origine de la formation du contact dans le cas de l'essai de microinsertion. Un scénario de formation du contact entre le microinsert de Nickel et le film mince d'Al(Cu) prenant en compte la présence de la singularité géométrique est élaboré, puis étayé à l'aide de modélisations analytiques et de simulations réalisées avec la méthode des éléments finis.

### V.1. Etude du contact électrique sans singularité

La première partie de ce chapitre est dédiée à la compréhension de la formation du contact électrique dans le cas métal-oxyde-métal. Etant donné que l'objectif de ces essais est de comprendre le rôle joué par l'oxyde natif d'Aluminium, nous avons décidé de réduire l'étude au contact Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al. Cela permet de simplifier le problème du contact réalisé par microinsertion (*i.e.* pas de singularité de bord de plot et pas de formation d'intermétalliques). Des films minces d'Aluminium sont déposés sur des lentilles semi-cylindriques convexes en Silice et des essais de compression de barreaux croisés sont réalisés selon le protocole détaillé dans la dernière partie du chapitre III. La configuration des barreaux croisés présente l'avantage d'être assimilable à la géométrie du contact sphère-plan (*i.e.* sans la singularité de bord de plot). Plusieurs paramètres sont étudiés expérimentalement tels l'influence de la rugosité du film mince d'Aluminium, la vitesse de chargement, le rayon des barreaux ou encore la force maximale. A partir des résultats expérimentaux obtenus, un scénario de formation du contact est proposé et des valeurs de limite à la rupture de l'Alumine native sont estimées. La majeure partie des résultats obtenus a fait l'objet d'un article présenté à la 58<sup>ème</sup> conférence IEEE Holm sur les contacts électriques [[MERCIER 2012 1](#)].

#### V.1.1 Description des échantillons

Les lentilles en Silice BK7 avec un dépôt d'Aluminium utilisées lors de ces essais de compression ont été présentées dans la partie III.3 du chapitre III. Des schématisations de la géométrie de ces lentilles avec dépôt et du dispositif expérimental sont redonnées Figure V-1. Deux types de films d'Aluminium avec des rugosités différentes sont étudiés. L'un des dépôts présente une surface faiblement rugueuse, on parle de dépôt « lisse », et l'autre dépôt présente une surface fortement rugueuse, on parle de dépôt « rugueux ». Le dépôt PVD débute avec une gravure plasma (Argon) des lentilles à 800W, afin d'obtenir un état de surface sans contamination extérieure (film contaminant hydrocarboné, poussières...). Puis, une couche d'accroche de Titane de 12nm est déposée avec une puissance de 800W, et un film d'Aluminium est déposé selon les conditions données dans le Tableau V-1, propres à chaque type de dépôt. Un témoin en Silicium de 100mm de diamètre et d'épaisseur 525µm, orienté selon l'axe <100>, est placé dans le bâti PVD avec les lentilles. Ce témoin est utilisé pour les caractérisations topographiques, mécaniques et électriques des films d'Aluminium. Une schématisation de l'empilement obtenu avec l'échantillon témoin de

Silicium et les observations au MEB (ZEISS Ultra Plus) des surfaces des deux types de films d'Aluminium sont données Figure V-2.

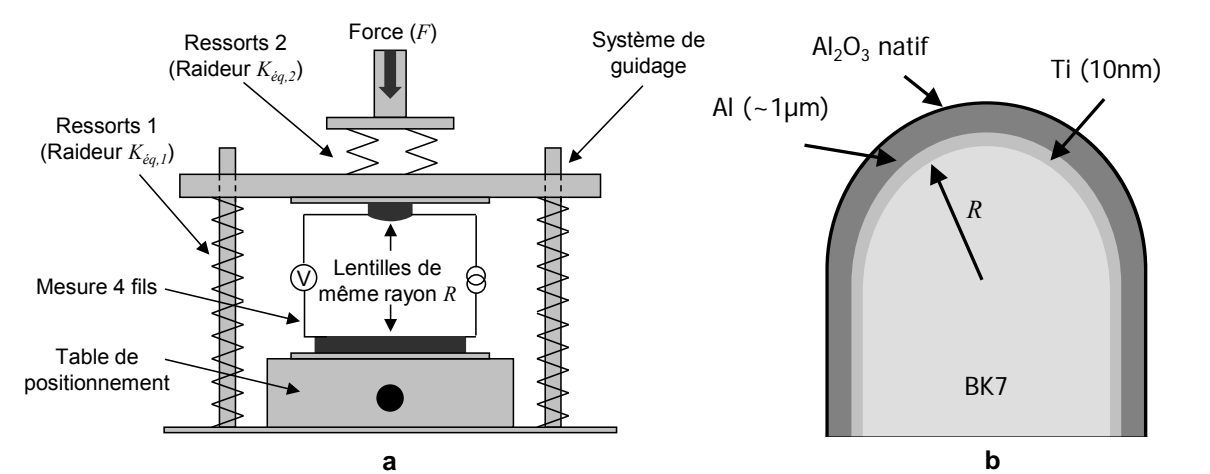


Figure V-1 – Schématisations a) du dispositif expérimental avec la mesure « 4 fils » de la résistance électrique de contact et b) des lentilles (vues en coupe) utilisés lors des essais de compression.

Al PVD « lisse »	Température de dépôt	170°C
	Puissance du plasma	0,8kW
	Temps de dépôt	50min
Al PVD « rugueux »	Température de dépôt	170°C
	Puissance du plasma	3,5kW
	Temps de dépôt	20min

Tableau V-1 – Paramètres de dépôt par PVD pour les deux types de films minces d'Aluminium.

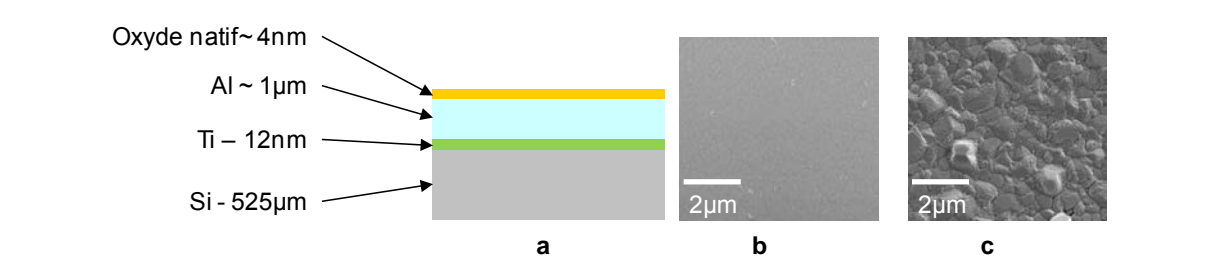


Figure V-2 – a) Schématisation des échantillons et observations MEB des surfaces des deux types de films minces d'Aluminium : b) « lisse » et c) « rugueux ».

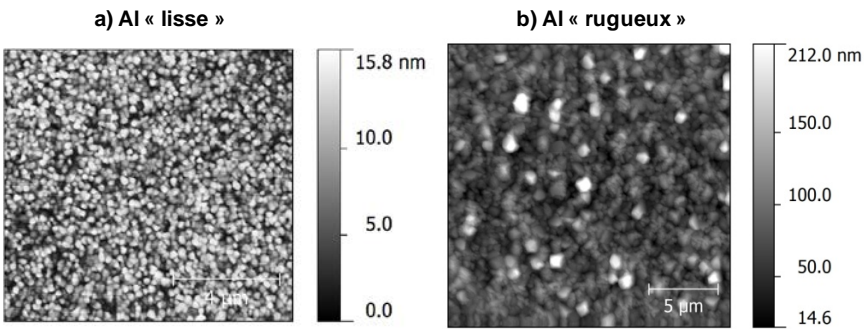


Figure V-3 – Observations AFM des surfaces des films d'Aluminium a) « lisse » et b) « rugueux ».

Des mesures de topographies de surface sont effectuées pour chaque film mince d'Aluminium (cf. Figure V-3), à l'aide d'un microscope AFM (DME – DualScope™ DS 95 Scanner), en mode

« tapping ». A partir des différentes observations microscopiques, les épaisseurs et les rugosités RMS des deux films sont mesurées et reportées dans le Tableau V-2. Le premier film d'Aluminium, avec une faible rugosité, est dit « lisse » et l'autre film d'Aluminium est dit « rugueux », étant donné une rugosité nettement plus importante. Puis, un nanoindenteur instrumenté est utilisé afin de caractériser les propriétés mécaniques des films minces d'Aluminium PVD.

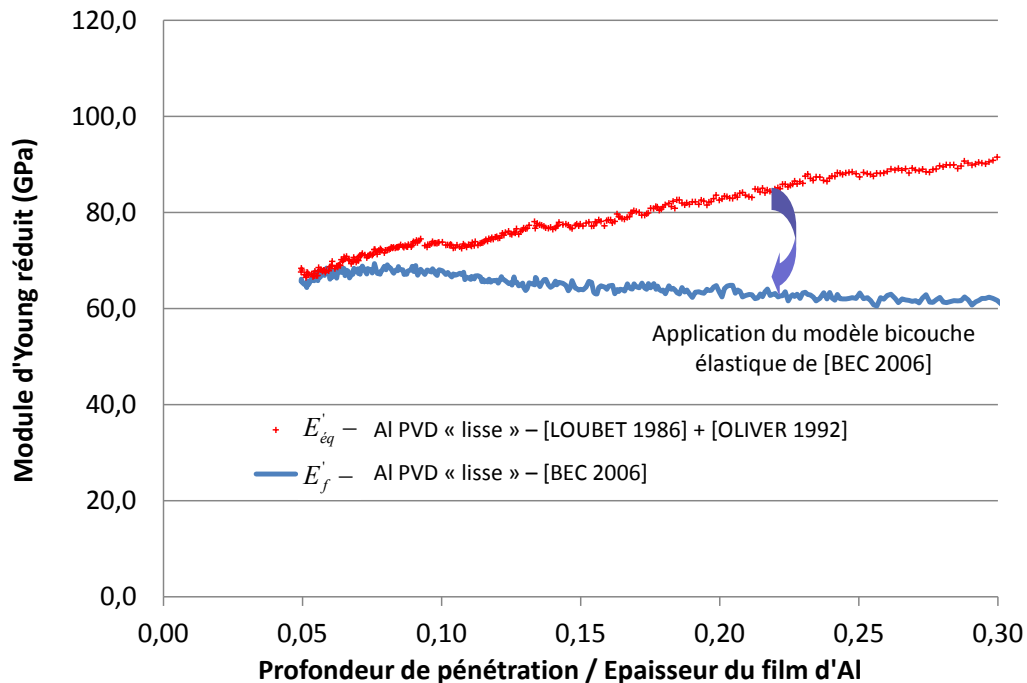


Figure V-4 – Extraction du module d'Young réduit du film d'Aluminium PVD « lisse », en fonction de la profondeur de pénétration sur l'épaisseur du film mince.

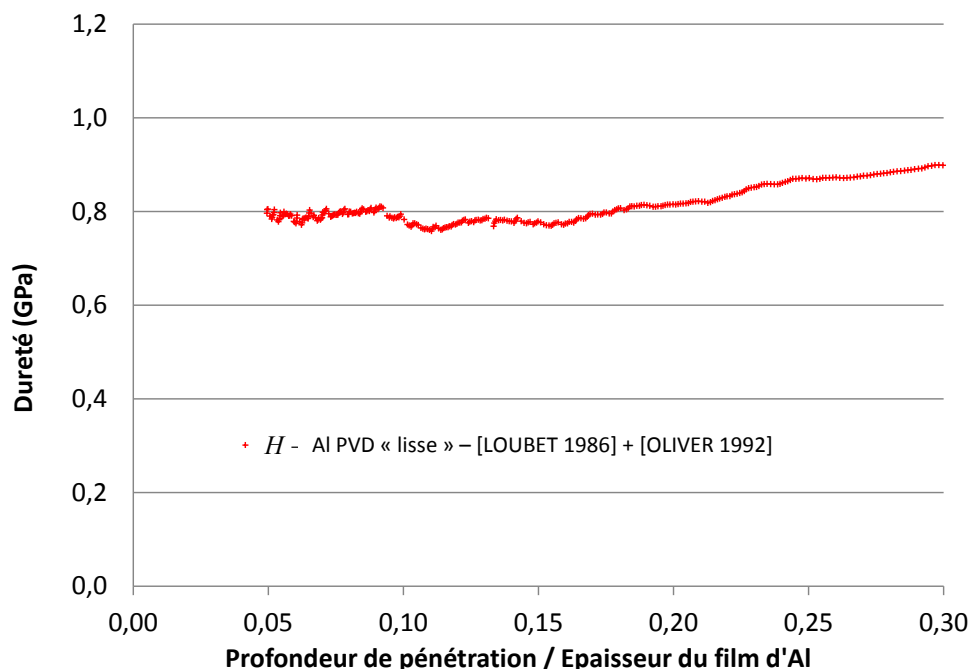


Figure V-5 – Evolution de la dureté du film d'Aluminium « lisse » en fonction de la profondeur de pénétration sur l'épaisseur du film.

Un indenteur de type Berkovich en diamant est utilisé afin de déterminer le module d'Young et la dureté de chaque film selon le protocole détaillé dans la partie IV.1.2.1. Malheureusement, les



essais d'indentation ne sont concluants que dans le cas du film mince d'Aluminium « lisse ». Dans le cas du film mince d'Aluminium de type « rugueux », les valeurs de force, de déplacement et de raideur de contact sont difficilement exploitables du fait de la présence d'une rugosité de surface importante. Afin d'extraire une valeur de module d'Young réduit pour le film mince d'Aluminium « lisse », la couche d'accroche de Titane est négligée et le modèle élastique bicouche de [\[BEC 2006\]](#) est utilisé (cf. Figure V-4). Une valeur de 59,7GPa est calculée pour des rapports de profondeur de pénétration sur épaisseur de film compris entre 5 et 30%. La dureté du film d'Aluminium « lisse » est constante pour des rapports de profondeur de pénétration sur épaisseur de film compris entre 5 et 20%, et vaut en moyenne 0,79GPa. Les valeurs de module d'Young et de dureté obtenues expérimentalement sont en accord avec les valeurs de la littérature et sont résumées dans le Tableau V-2.

Les échantillons témoins sont ensuite utilisés pour déterminer la résistivité électrique de chaque film mince d'Aluminium. La méthode de mesure utilisée est celle décrite par [\[SMITS 1958\]](#), généralisée à différentes géométries par [\[TOPSOE 1968\]](#). Cette méthode consiste à mesurer la résistance électrique dans un film mince métallique à l'aide de 4 pointes métalliques alignées et espacées les unes des autres d'une distance  $s$ . La résistance électrique de couche mesurée, encore appelée résistance de « spreading », est définie par l'équation II-82 dans le chapitre II à l'aide de la résistance carrée, elle-même définie par l'équation II-81. A partir de ces deux relations, il est alors possible d'exprimer la résistivité électrique  $\rho$  en fonction de la résistance de « spreading » et de l'épaisseur du film mince métallique  $t$  :

$$\rho = K.t.R_{spreading} \quad \text{V-1}$$

avec  $K$  un coefficient sans dimension défini selon [\[TOPSOE 1968\]](#) pour un échantillon de diamètre infini et d'épaisseur finie par :

$$K = \frac{\pi}{\ln 2} C \left( \frac{t}{s} \right) \quad \text{V-2}$$

avec  $C = 1$  quand  $t/s$  tend vers 0. Or, dans notre cas le rapport  $t/s$  vaut 0,00952 et il est donc possible de prendre  $C = 1$ .

La résistance de « spreading » est calculée à partir de la pente de la droite  $V(I)$ , obtenue avec des valeurs de tension électrique mesurées pour des valeurs d'intensité de courant imposées comprises entre -2,5 et 2,5A (cf. Figure V-6). L'acquisition des données expérimentales se fait à l'aide d'un SMU (Keithley 2602A) et d'un banc de mesure (« prober ») permettant de contrôler la pression à appliquer sur les 4 pointes alignées distantes de 100 $\mu$ m les unes des autres. L'ensemble des mesures est réalisée à température ambiante et les valeurs de résistivité électrique obtenues sont données Tableau V-2. Le substrat de Silicium oxydé et l'oxyde thermique de Silicium sont supposés isolants, avec des résistivités électriques respectives de l'ordre de  $10^{18}$ - $10^{27}$  $\mu\Omega$ .cm et de  $10^{22}$  $\mu\Omega$ .cm.

Les valeurs expérimentales sont du même ordre de grandeur que la valeur moyenne obtenue par [\[MAYADAS 1968\]](#) sur des films polycristallins d'Aluminium pur avec des épaisseurs de 100nm à 1 $\mu$ m. Toutefois, une importante différence est à noter avec la valeur de résistivité électrique de l'Aluminium massif. Cette différence provient de la résistivité électrique des joints de grains mais aussi de la présence des interfaces qui n'est plus négligeable, selon [\[MAYADAS 1970\]](#). Ainsi, plus l'épaisseur et la taille de grain d'un film métallique polycristallin diminuent, et plus la résistivité électrique intrinsèque du film augmente. Enfin, notons que la présence de la couche d'accroche de Titane peut également influencer les mesures étant donné que la résistivité électrique du Titane est de 41,6 $\mu\Omega$ .cm soit environ dix fois celle de l'Aluminium [\[SLADE 1999\]](#).



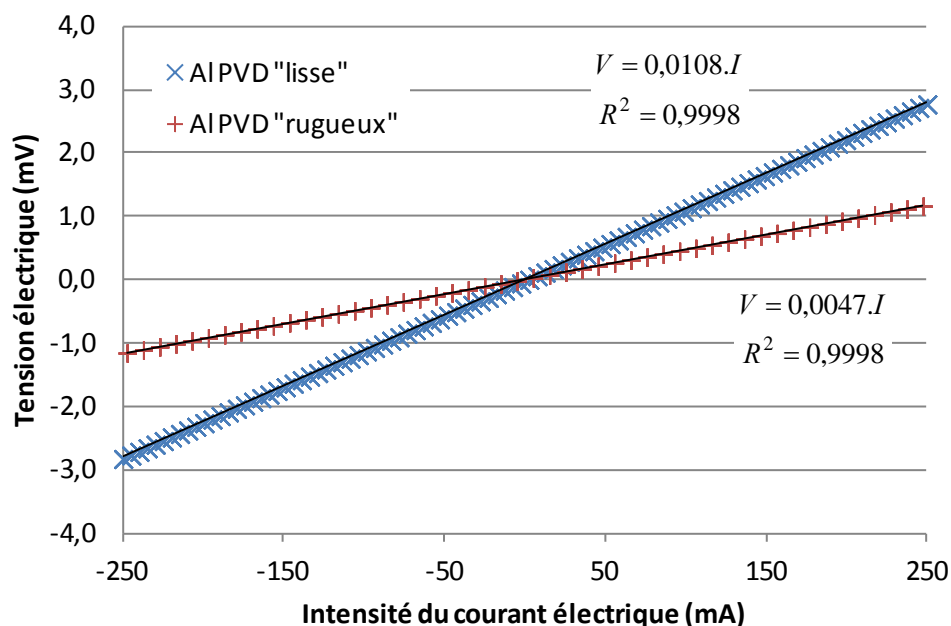


Figure V-6 – Détermination de la résistance de couche des différents films d'Aluminium.

	Aluminium « lisse »	Aluminium « rugueux »	Aluminium Valeurs bibliographiques
<b>Epaisseur</b>	0,94µm	1,7µm	-
<b>Rugosité RMS</b>	1,77nm	30,9nm	-
<b>Diamètre moyen de grain</b>	232nm	676nm	-
<b>Module d'Young</b>	59,7GPa	-	50-70GPa <sup>1</sup>
<b>Dureté</b>	0,79GPa	-	0,95GPa <sup>2</sup>
<b>Coefficient de Poisson</b>	0,342 <sup>3</sup>		
<b>Résistivité électrique</b>	4,6µΩ.cm	4,3µΩ.cm	2,65µΩ.cm <sup>4</sup> 4,4µΩ.cm <sup>5</sup>

**Tableau V-2 – Résultats des caractérisations morphologiques, mécaniques et électriques pour les deux types de films minces d'Aluminium.**

<sup>1</sup>[LIM 1999]

<sup>2</sup>[DOERNER 1986\_2]

<sup>3</sup>[LEVY 2001]

<sup>4</sup>[FECHANT 2003] – Al massif à 25°C.

<sup>5</sup>[MAYADAS 1968] – Films minces d'Al d'épaisseurs compris entre 200nm et 1µm, et à 23°C.

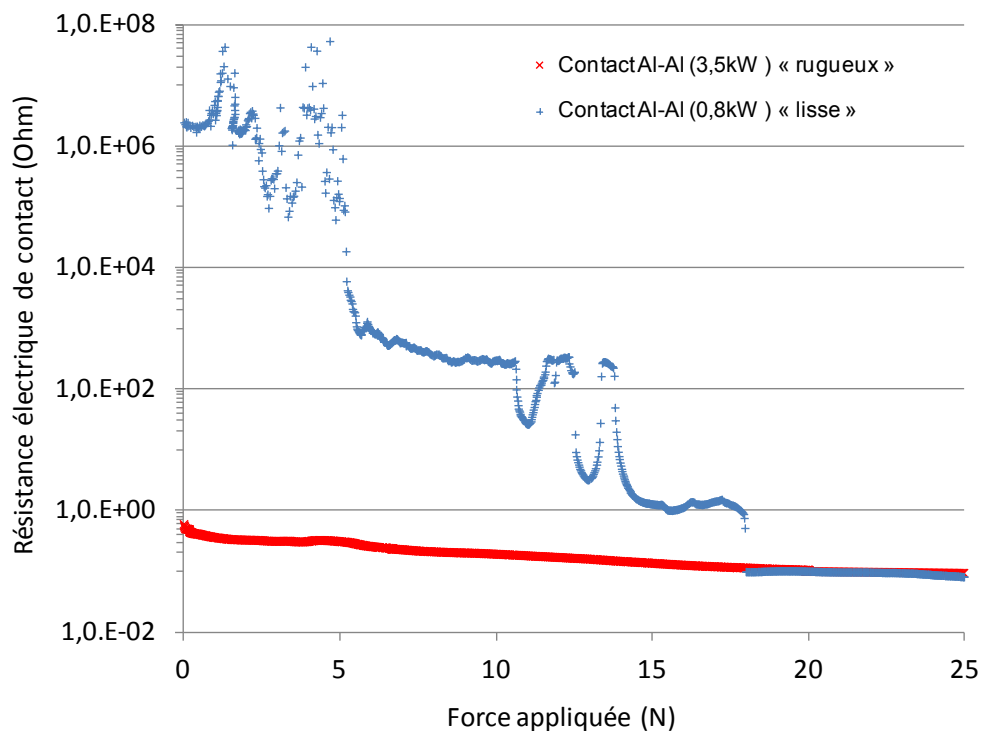
Les échantillons d'Aluminium PVD ayant été caractérisés morphologiquement, mécaniquement et électriquement, la prochaine partie porte sur la présentation des résultats expérimentaux obtenus lors des essais de compression des barreaux croisés, ainsi que leurs analyses.

### V.1.2 Premiers résultats électriques

Les résultats électriques présentés dans la suite de cette partie, ont été obtenus avec le montage expérimental et le protocole de mesure décrits dans la partie II.3 du chapitre II. Rappelons cependant, que la mesure électrique est pilotée en imposant une tension constante de ±5mV et une limite en courant de 500mA.

## V.1.2.1. Influence de la rugosité du film d'Aluminium

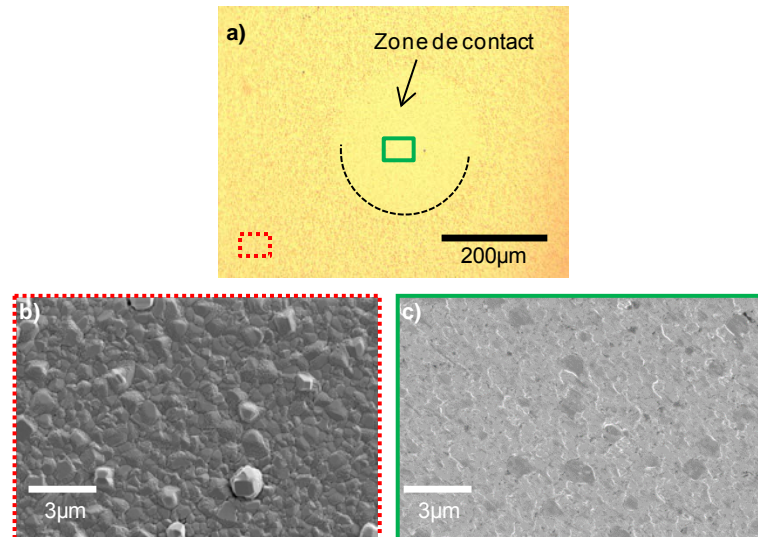
Dans cette première partie, des essais de compressions sont réalisés avec les deux types d'Aluminium (« rugueux » et « lisses ») à température ambiante. Pour un essai donné, le couple de lentilles avec les films d'Aluminium en vis-à-vis sont identiques. Les lentilles ont un rayon de 6,57mm et la vitesse de chargement est fixée à 0,2N/s. L'évolution de la résistance électrique en fonction de la force appliquée est analysée seulement durant la charge dans un premier temps, afin d'établir les mécanismes de formation du contact électrique. Des courbes typiques obtenues pour chaque cas sont données Figure V-7. Dans le cas du contact réalisé avec les films minces d'Aluminium « rugueux », la décroissance de la résistance électrique de contact est faible entre 0 et 25N, étant donné qu'elle s'étend sur moins d'une décade, alors que dans le cas du contact réalisé avec les films minces d'Aluminium « lisses », elle s'étend sur près de 8 décades. Ce résultat a déjà été mis en évidence par [TIMSIT 1980] ou [CRINON 1998] avec des contacts en Aluminium massif et la décroissance de la résistance électrique de contact est attribuée à la fracture de l'oxyde natif d'Aluminium. La fracture de l'oxyde est fonction de la force et de l'état de surface (rugosité, épaisseur de l'oxyde, contamination de surface, etc.). Etant donné que l'épaisseur de l'oxyde natif est supposée être identique dans les deux types de contact, la rugosité des films d'Aluminium semble être le facteur principal à l'origine de la décroissance plus ou moins rapide de la résistance électrique de contact



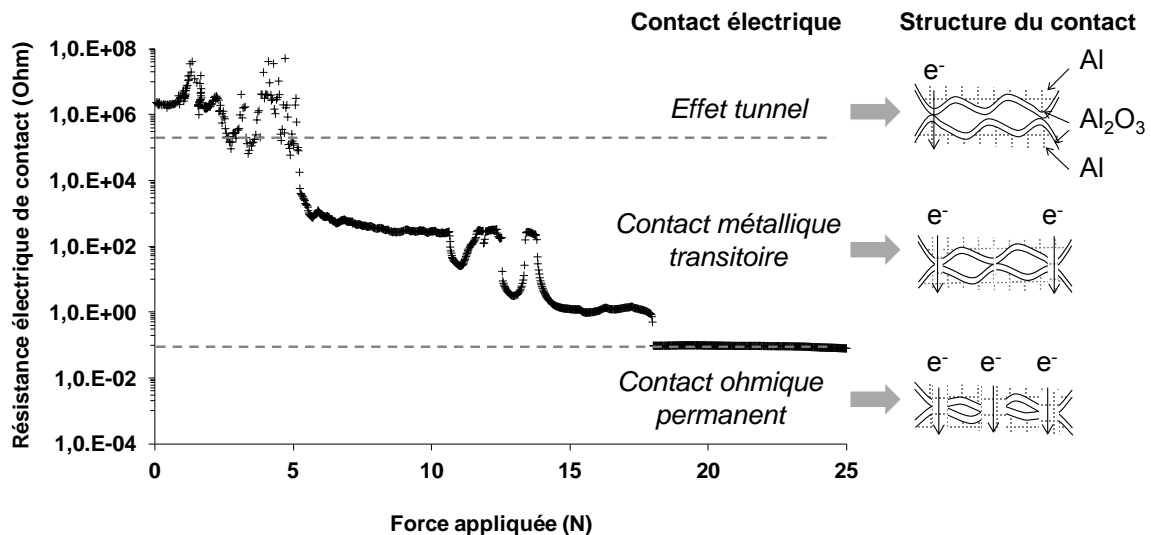
**Figure V-7 – Evolution de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) de contact Al-Al en fonction de la force appliquée et de la rugosité des films minces d'Aluminium, avec des lentilles de rayon 6,57mm et une vitesse de chargement de 0,2N/s.**

Les lentilles sont ensuite observées au microscope optique et au MEB, afin de déterminer le diamètre des zones de contact et d'observer l'état de surface résiduel. Aucune empreinte n'est facilement identifiable dans le cas des lentilles avec les films minces d'Aluminium « lisses ». Mais dans le cas des lentilles avec les films minces d'Aluminium « rugueux », une empreinte circulaire avec un rayon d'environ 140-145µm est mise en évidence pour une force de 25N (cf. Figure V-8). Or, un rayon élastique de 142µm est calculé à partir de la relation de Hertz (cf. Equation II-33), en prenant le module d'Young de la Silice BK7 et le rayon des lentilles. Cela nous indique que les lentilles semblent

être en déformation élastique pour des forces inférieures ou égales à 25N et que l'aire de contact mécanique correspond à l'aire de contact élastique entre les deux lentilles en Silice. L'observation au MEB de la zone de contact révèle par ailleurs un écrasement des grains d'Aluminium dans le cas des films minces d'Aluminium « rugueux ». Une caractérisation de topographie de surface par AFM d'une zone de contact sur une lentille avec un film mince d'Aluminium « lisse » est également réalisée après un essai de compression (cf. Figure V-8). Dans ce cas aussi l'écrasement des rugosités est mis en évidence et la rugosité RMS est divisée presque par deux.



**Figure V-8 – Observations microscopiques de la surface du film d'Aluminium après essai de compression (force maximale appliquée de 25N), dans le cas du contact de type « rugueux », avec : a) observation au microscope optique d'une zone de contact et b) et c) observations MEB.**



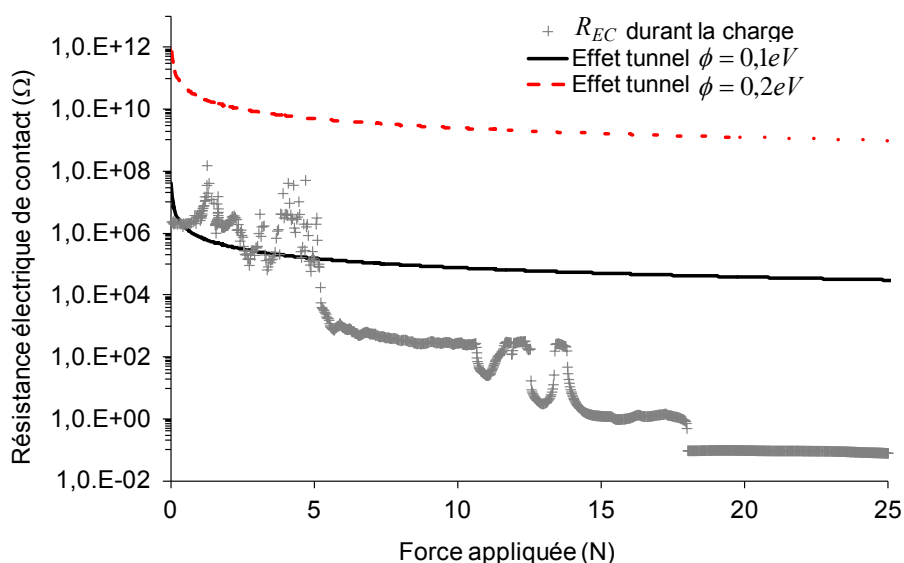
**Figure V-9 – Scénario de l'évolution de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) en fonction de la force appliquée pour un contact Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al avec des films minces d'Aluminium « lisses ».**

A partir de ces premières observations et à partir des conclusions de [\[SLADE 1999\]](#) dans le cas d'un contact avec de l'Aluminium massif, un scénario de formation du contact en fonction de la force est élaboré dans le cas du contact avec les films minces d'Aluminium « lisses ». Le contact à faible force pourrait correspondre à un contact du type capacitif (Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al), où l'effet tunnel est prépondérant. Le contact à forte force, correspondrait quant à lui à un contact du type métallique (Al-Al) ou ohmique obtenu par fissuration de l'oxyde. Un contact ohmique permanent avec une faible

valeur de résistance électrique de contact semble être atteint à forte force, après un régime transitoire. Les différentes étapes de ce scénario sont décrites Figure V-9, en parallèle d'une courbe expérimentale de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) en fonction de la force appliquée.

### V.1.2.2. Les étapes de la formation du contact électrique

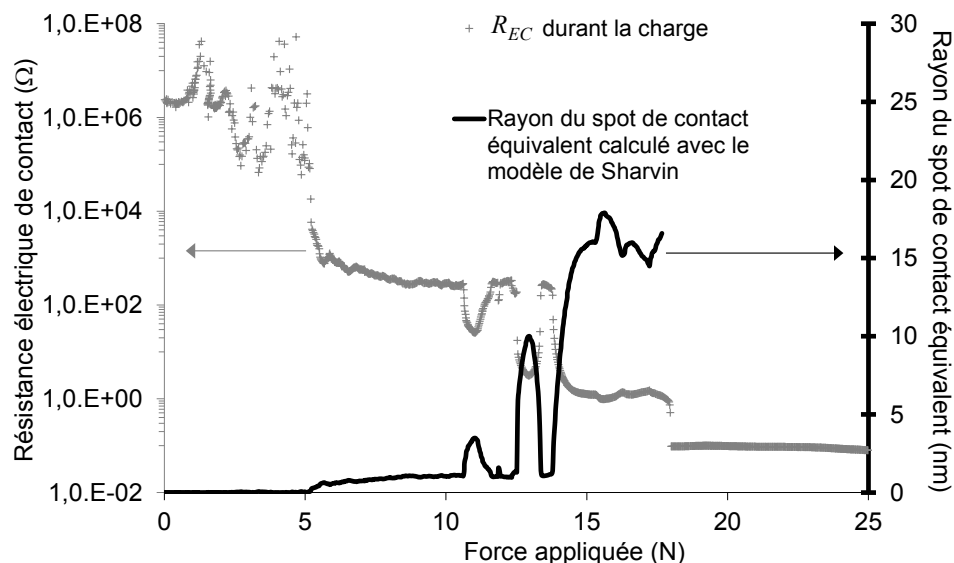
Cette partie a pour objet de valider les différentes étapes du scénario élaboré préalablement pour décrire la formation du contact électrique dans le cas du contact avec les films minces d'Aluminium « lisses ». L'hypothèse d'une résistance de « spreading » négligeable dans les films minces d'Aluminium est émise. Dans un premier temps, l'effet tunnel est supposé être prépondérant aux faibles forces, étant donné la forte résistivité électrique de l'Alumine à température ambiante, à savoir  $10^{24} \mu\Omega \cdot \text{cm}$  selon [SLADE 1999]. Ainsi, la résistance électrique obtenue par effet tunnel est tracée en fonction de la force à partir de la relation II-86 (cf. Figure V-10). L'épaisseur de l'oxyde natif est fixée à 8nm (4nm sur chaque film mince d'Aluminium) et l'énergie de la barrière tunnel Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al peut varier entre 0,1 et 8,6eV selon [GLOOS 2003], bien que la valeur typique la plus souvent admise soit 2eV [SLADE 1999]. En ce qui concerne l'aire de contact, bien que le modèle de contact élastique de Hertz soit utilisé aux fortes forces pour calculer l'aire de contact par déformation élastique de la Silice sous-jacente, aux faibles forces c'est la déformation plastique du film d'Aluminium qui va déterminer le rayon de contact [TIMSIT 1998]. Ainsi, le modèle dit de « spot contact » est utilisé pour des faibles forces. Le rayon de contact équivalent est alors déterminé à partir de l'équation de la dureté III-23, connaissant la dureté du film d'Aluminium et la force appliquée [ABBOTT 1933].



**Figure V-10 – Evolutions de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) et de la résistance par effet tunnel pour un contact Al-Al « lisse », en fonction de la force appliquée pour des lentilles de rayon 6,57mm.**

A partir de la Figure V-10, il est possible de dire, dans l'hypothèse basse d'une énergie barrière de 0,1eV, que l'effet tunnel semble contribuer majoritairement à la résistance électrique de contact pour des forces inférieures à 5N. Cependant, la résistance électrique de contact devrait tendre vers l'infini pour des forces proches de 0N, ce qui n'est pas le cas expérimentalement. Ce comportement peut être attribué au passage du courant dans une seule rugosité et à l'erreur potentiellement faite sur la détection du contact. L'évolution de la  $R_{EC}$  se poursuit avec une chute brutale (8 décades) entre 5 et 18N, caractéristique de la formation d'un contact métallique avec fracture de l'oxyde natif. Par exemple, [TIMSIT 1998] a montré qu'il faut une force comprise entre 1

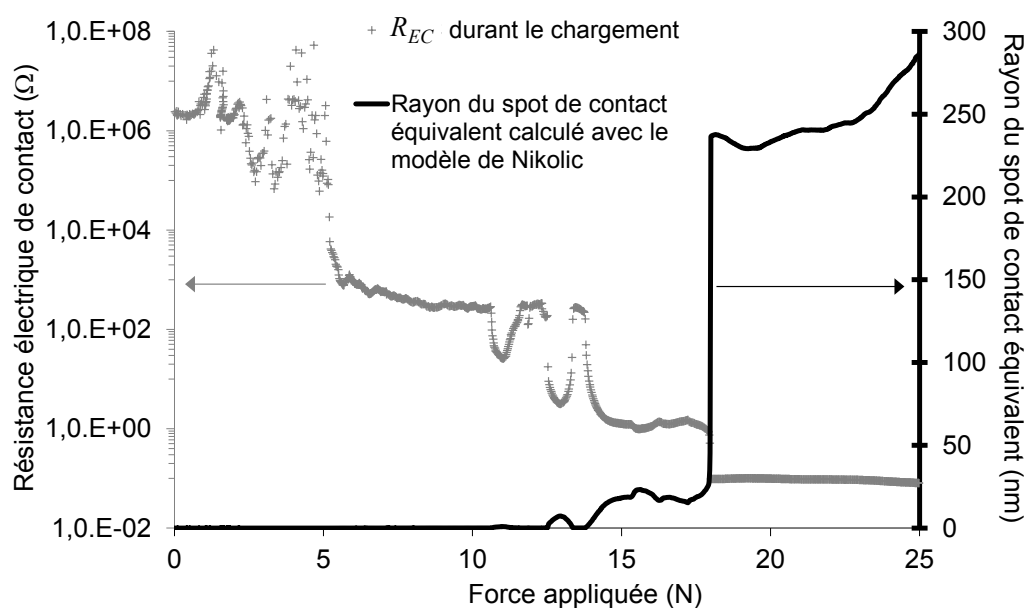
et 4,5N pour fissurer l'oxyde natif et ainsi établir un contact électrique à caractère ohmique, dans le cas de deux surfaces sphériques de rayons 25cm, à température ambiante et dans l'ultravide. L'oxyde natif étant fragile mécaniquement, il se fissure à partir d'une force critique, entraînant une chute significative de la résistance électrique de contact, par la formation de points de contact métalliques. Ces points de contact métalliques se forment au niveau des fissures créées dans l'oxyde natif par extrusion du métal selon [TRIPP 1967], [MOHAMED 1975] ou encore [TIMSIT 1998]. Ainsi, le régime transitoire, observé entre 5 et 18N expérimentalement, est attribué à la formation progressive de ces points de contact métalliques en fonction de la force appliquée, dont la taille est supposée piloter le mode de conduction. Durant ce régime transitoire si le mode de conduction est balistique au travers des points de contact, il est possible de calculer le rayon d'un unique spot de contact équivalent, à partir de la relation II-71 de [SHARVIN 1965]. Le rayon équivalent est obtenu à partir des valeurs de  $R_{EC}$ , en prenant la résistivité électrique du film mince d'Aluminium donnée Tableau V-2 et un libre parcours moyen des électrons dans l'Aluminium de 16,2nm [ASHCROFT 1976]. L'évolution de ce rayon équivalent en fonction de la force appliquée est donnée Figure V-11. Le rayon équivalent est quasi nul (inférieur à 1Å) pour des forces inférieures à 5N et plus petit ou du même ordre de grandeur que le libre parcours moyen des électrons dans l'Aluminium pour des forces inférieures à 18N. Pour que le mode balistique soit possible, il faut que le libre parcours moyen des électrons dans l'Aluminium soit très supérieur au rayon de contact. Or, le rayon de contact équivalent calculé avec le modèle de Sharvin ne correspond qu'à un seul spot de contact, alors qu'il existe sûrement dans le cas réel plusieurs spots de contact avec des rayons respectifs plus petits. C'est pourquoi, le mode balistique semble être prépondérant durant le régime transitoire entre 5 et 18N.



**Figure V-11 – Evolutions de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) et du rayon de spot de contact équivalent calculé avec le modèle de Sharvin pour un contact Al-Al « lisse », en fonction de la force appliquée pour des lentilles de rayon 6,57mm.**

En utilisant la relation II-75 de [NIKOLIC 1999], il est également possible de tracer l'évolution du rayon de spot de contact équivalent en fonction de la force appliquée dans le cas où le mode de conduction évolue du cas balistique au cas diffusif (cf. Figure V-12). De même que dans le cas précédent, le rayon est obtenu à partir des valeurs de  $R_{EC}$ , et en prenant la résistivité électrique du film mince d'Aluminium donnée Tableau V-2 et un libre parcours moyen des électrons dans l'Aluminium de 16,2nm [ASHCROFT 1976]. La transition entre le régime balistique et diffusif (ou quasi-balistique) est mise en évidence pour une force appliquée de 18N. Cependant, il est difficile de conclure sur la nature du mode de conduction à forte force (pour des forces supérieures à 18N),

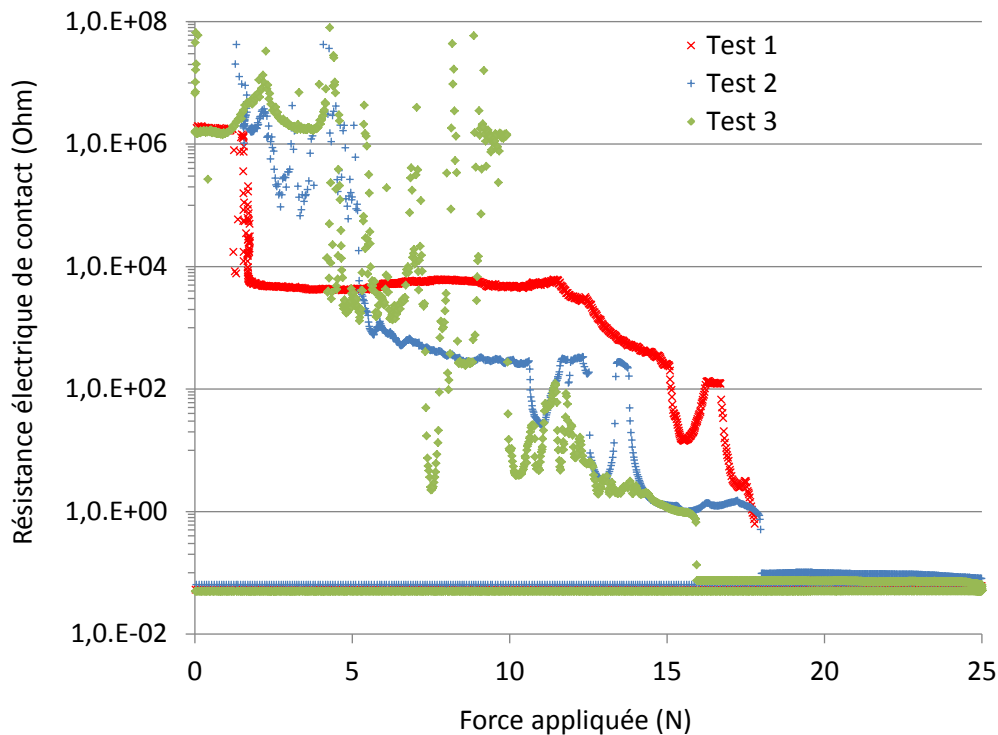
étant donné que le nombre réels de spots de contact est inconnu. Notons toutefois qu'à la force de 25N, la résistance électrique de contact mesurée est d'environ 72mΩ. Cette valeur est surestimée car même en configuration de mesure « 4 fils », une erreur de l'ordre de grandeur de la résistivité électrique planaire ( $R_{carrée}$ ) (cf. Equation II-81) de la couche existe (cf. [Annexe – C](#)). Ceci étant, un rayon de contact équivalent de 319nm peut être calculé avec la relation II-75 de Nikolić ou II-66 de Holm (résistance de constriction ou de Maxwell). Cette valeur permet de calculer une borne inférieure à l'aire de contact électrique réelle. Or, le rayon de contact élastique calculé avec la relation II-33 de Hertz est de 142μm à 25N. Ainsi, l'aire de contact électrique réelle ne représente que 0,0005% de l'aire de contact mécanique, mettant en évidence la formation du contact électrique par fissuration de l'oxyde natif et extrusion de l'Aluminium au travers de ces fissures. Enfin, la reproductibilité des résultats est étudiée dans la prochaine partie.



**Figure V-12 – Evolutions de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) et du rayon de spot de contact équivalent calculé avec le modèle de Nikolić pour un contact Al-Al « lisse », en fonction de la force appliquée pour des lentilles de rayons 6,57mm.**

### V.1.2.3. Reproductibilité des résultats

Jusqu'à présent, seules des courbes de l'évolution de la  $R_{EC}$  en fonction de la force appliquée typiques choisies arbitrairement ont été présentées. Aussi, trois résultats d'essais de compression réalisés avec les films minces d'Aluminium « lisses » et dans les mêmes conditions sont présentés Figure V-13. La seule différence est la position sur les lentilles et donc l'éloignement des bords et des points d'injection du courant électrique (cf. Figure III-47). Les différents régimes de conduction décrits dans la précédente partie (effet tunnel ; régime métallique transitoire en mode balistique ; régime métallique permanent) sont présents pour les trois essais. Cependant, les forces à partir desquelles se déclenchent chaque régime diffèrent légèrement selon les essais (environ  $(3 \pm 2)$ N pour le régime métallique transitoire et  $(17 \pm 2)$ N pour le régime métallique permanent). Cette différence pourrait être attribuée à une variation de la rugosité locale, ou encore à la distance entre la zone de contact et les bords des deux lentilles. Des valeurs moyennes des forces à partir desquelles débute chaque régime sont utilisées par la suite lors de la modélisation analytique de ce problème. La partie suivante vise à étudier l'influence des paramètres expérimentaux, tels que le rayon des lentilles en Silice, la vitesse de chargement ou encore la force maximale sur l'évolution de la  $R_{EC}$  en fonction de la force appliquée.



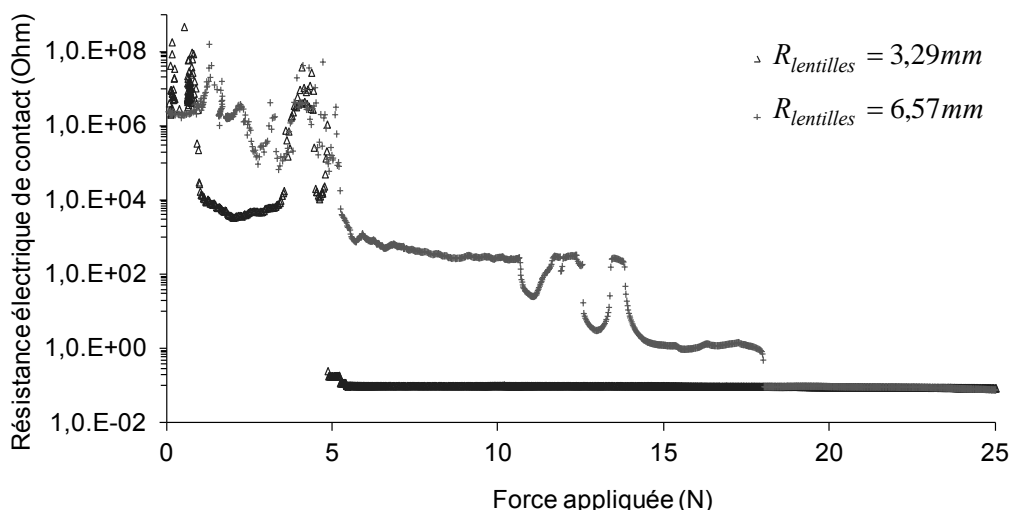
**Figure V-13 – Evolutions de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) en fonction de la force appliquée pour trois essais de compression avec des films minces d'Aluminium « lisses » et des lentilles de rayon 6,57mm.**

### V.1.3 Etude de l'influence des paramètres expérimentaux

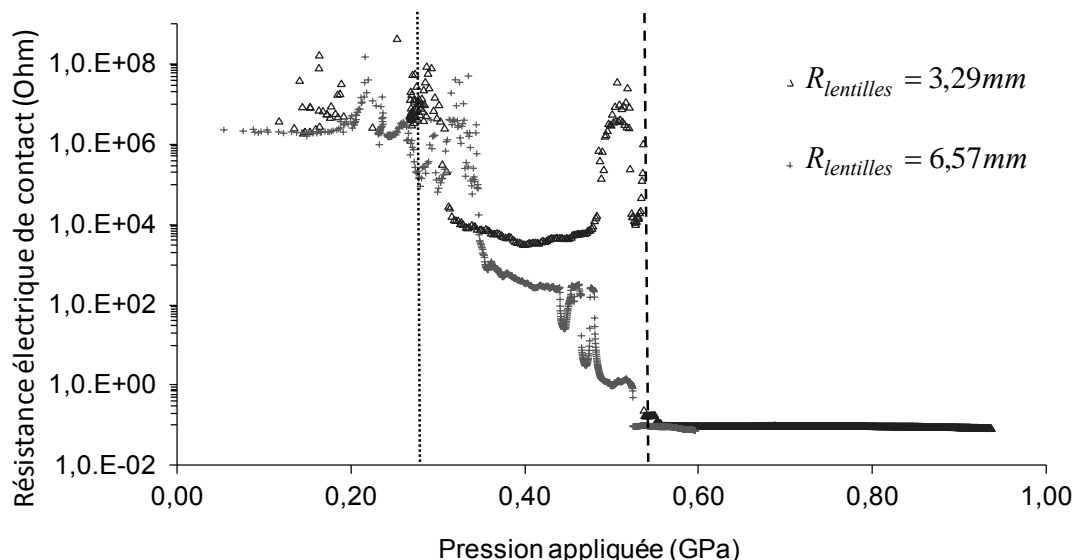
#### V.1.3.1. Influence de la géométrie du contact

L'objectif de cette partie est l'étude de l'influence du rayon des lentilles en Silice sur l'évolution de la  $R_{EC}$  en fonction de la force appliquée. Deux couples de lentilles identiques de rayons respectifs 3,29mm et 6,57mm sont utilisés dans cette étude. La géométrie complète des lentilles est donnée Tableau III-5. Des essais de compression avec mesures électriques sont réalisés avec ces couples de lentilles recouvertes de films minces d'Aluminium « lisses », à un taux de charge de 0,2N/s et selon le protocole décrit dans la partie III.3.3. L'évolution de la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée est donnée Figure V-14. Le régime ohmique permanent semble être atteint plus rapidement avec le couple de lentilles de rayon 3,29mm. Mais, afin de pouvoir comparer les courbes correctement, il faut tracer l'évolution de la résistance électrique de contact en fonction de la pression, en prenant comme rayon de contact, le rayon élastique calculé avec la relation II-33 de Hertz (cf. Figure V-15).

La Figure V-15 permet de mettre en évidence des évolutions similaires de la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée pour les deux géométries (couples de lentilles de rayons 3,29 et 6,57mm). Le régime transitoire avec la formation du contact métallique au travers des fissures créées dans l'Alumine native apparaît pour une pression appliquée d'environ 0,28GPa et le contact métallique permanent pour une pression appliquée d'environ 0,54GPa.



**Figure V-14 – Evolutions de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) en fonction de la force appliquée pour un contact Al-Al « lisse », avec des lentilles de rayons 3,29 ou 6,57mm et une vitesse de chargement de 0,2N/s.**



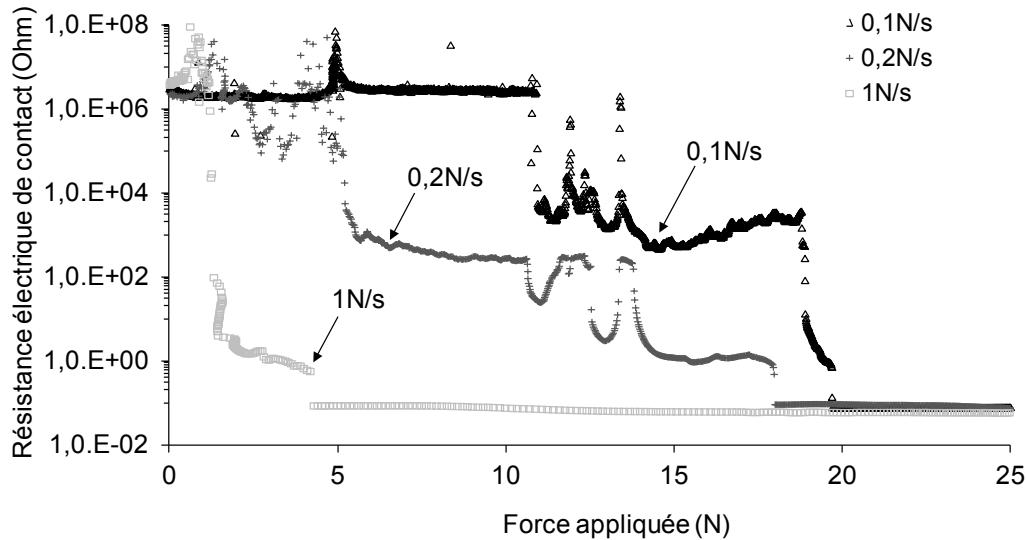
**Figure V-15 – Evolutions de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) en fonction de la pression pour un contact Al-Al « lisse », avec des lentilles de rayons 3,29 ou 6,57mm et une vitesse de chargement de 0,2N/s.**

### V.1.3.2. Influence de la vitesse de chargement

Cette analyse du contact Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al se poursuit avec l'étude de l'influence de la vitesse de chargement dans l'évolution de la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée. Trois essais de compression sont effectués avec deux lentilles identiques de rayon 6,57mm à une charge maximale de 25N et selon le protocole décrit dans la partie III.3.3. Les évolutions de la  $R_{EC}$  en fonction de la charge appliquée pour trois vitesses de chargement différentes (100mN/s, 200mN/s et 1N/s) sont présentées Figure V-16. La force nécessaire à la fracture de l'oxyde natif correspond à la force à partir de laquelle est observée une forte décroissance de la  $R_{EC}$  et une première augmentation du rayon de contact équivalent calculé avec le modèle de Nikolić (qui à ce moment correspond à un régime de transport balistique). Cette valeur de rayon de contact proche du nanomètre, devient significative par rapport à la distance interatomique. On peut donc supposer



qu'à cette force se produit la transition entre l'effet tunnel et le régime métallique transitoire correspondant à la création d'un premier pont métallique à travers une fissure. Or, une dépendance de cette force critique avec la vitesse de chargement est mise en évidence Figure V-16. Plus la vitesse de chargement diminue, et plus la force pour fissurer l'oxyde semble devoir être élevée. Cependant, il n'y a aucune raison évidente de trouver une telle dépendance et cette observation suggère une influence de la viscoplasticité du film d'Aluminium et/ou une compétition entre la vitesse d'oxydation et le taux de génération des fissures. L'influence de la force maximale dans l'évolution de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) est présentée dans la prochaine partie.

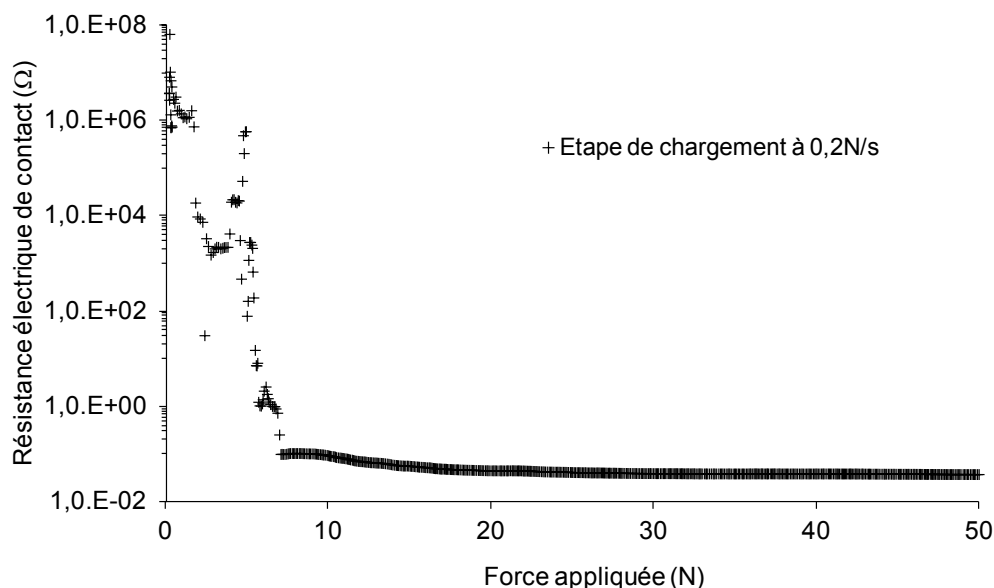


**Figure V-16 – Evolution de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) en fonction de la force appliquée pour un contact Al-Al « lisse », avec des lentilles de rayon 6,57mm et différentes vitesses de chargement.**

#### V.1.3.3. Influence de la force maximale

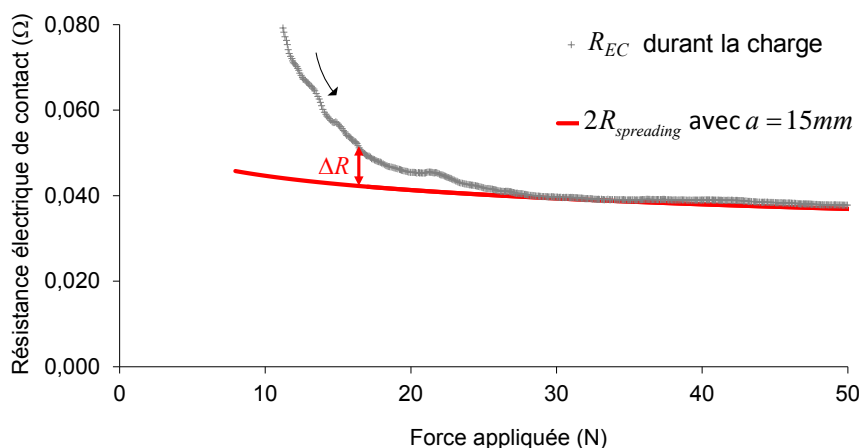
Le paramètre à l'étude dans cette partie est la force maximale appliquée lors d'un essai de compression. La force maximale appliquée jusqu'à présent est de 25N, c'est pourquoi des essais de compression des lentilles de rayons 6,57mm, avec les films minces d'Aluminium « lisses » sont réalisés à une force maximale de 50N et à une vitesse de chargement de 0,2N/s. Un résultat typique de l'évolution de la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée obtenu dans ce cas est donnée Figure V-17. Comme les résultats précédents, les différentes étapes de la décroissance de la  $R_{EC}$  en fonction de la force appliquée sont observées Figure V-17.

Mais le résultat le plus intéressant est qu'il n'y a qu'une faible influence de la force maximale dans l'évolution des valeurs de résistance électrique lorsque le régime métallique permanent est établi. La résistance électrique vaut en moyenne à forces maximales  $(63 \pm 9) \text{ m}\Omega$  et  $(41 \pm 8) \text{ m}\Omega$  pour les essais réalisés respectivement à des forces maximales de 25 et 50N. La convergence vers une très faible résistance électrique aux fortes forces peut être attribuée à deux causes. Tout d'abord la mesure « 4 fils » est entachée d'une erreur systématique liée à l'étalement des lignes de courant dans l'échantillon (« spreading »). D'autre part, la résistance électrique de contact n'est plus pilotée uniquement par la formation des fissures dans l'oxyde natif, mais aussi par la géométrie du contact réalisé, forçant le courant à passer à la périphérie du contact (résistance de « crowding » - cf. chapitre II).



**Figure V-17 – Evolution de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) en fonction de la force appliquée pour un contact Al-Al « lisse », avec des lentilles de rayon 6,57mm et jusqu'à une force maximale de 50N.**

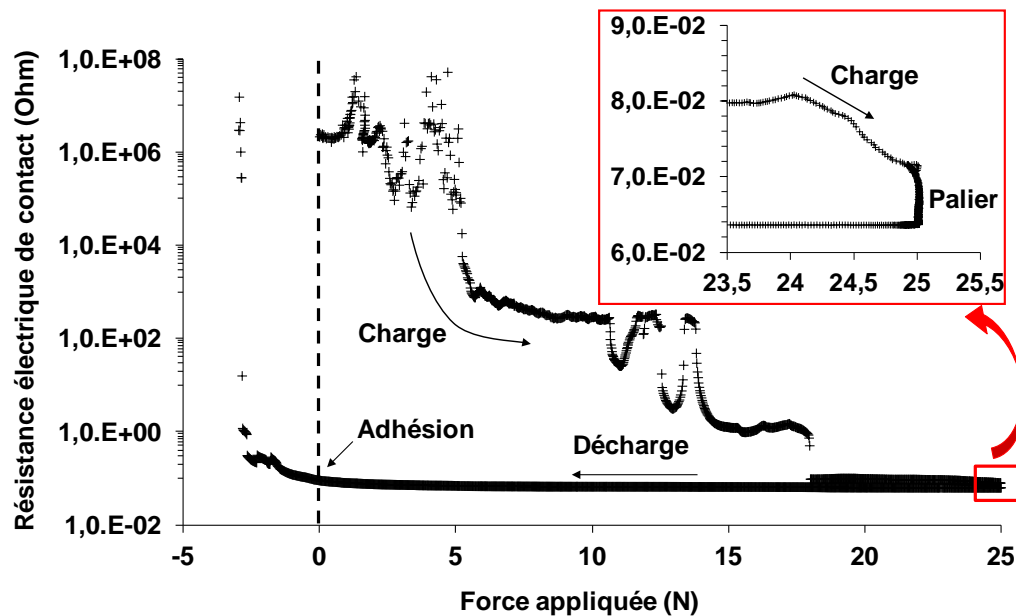
Il est possible de calculer la contribution de la résistance de « spreading », dans le cas d'un essai de compression de films minces métalliques croisés, à l'aide de la modélisation numérique réalisée par [MANDRILLON 2012] détaillée [Annexe – C](#), connaissant la longueur  $a$  de la zone d'injection du courant électrique. La largeur développée du film mince d'Al déposé sur une lentille est de 15mm pour une lentille de rayon 6,57mm. La somme des résistances électriques de « spreading » dans les deux films minces d'Aluminium en contact est alors calculée, et est tracée en fonction de la force appliquée Figure V-18. On constate que pour des forces appliquées supérieures à environ 25N, la courbe expérimentale est confondue avec l'évolution de la résistance électrique de « spreading », en fonction de la force appliquée. Cette dernière étant mesurée en série avec la résistance électrique de contact, cela signifie que la méthode de mesure « 4 fils » dans notre configuration ne nous permet de mesurer effectivement la résistance électrique intrinsèque du contact que pour des forces inférieures à 25N. Ainsi, une résistance électrique de contact de 10m $\Omega$  est estimée après correction de la résistance de « spreading », ce qui donne un rapport d'aire de contact électrique sur aire de contact mécanique d'environ 0,1%.



**Figure V-18 – Evolution de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) et de la résistance de « spreading » en fonction de la force appliquée pour un contact Al-Al « lisse », avec des lentilles de rayon 6,57mm et une force maximale de 50N.**

#### V.1.4 Remarques sur le palier à force maximale et l'étape de décharge

Une étape de maintien à la force maximale est effectuée durant 120s lors de chaque essai de compression, suivie d'une étape de déchargement se déroulant à la même vitesse que l'étape de chargement. Ces deux étapes sont mises en évidence Figure V-19, avec les résultats expérimentaux d'un essai de compression de lentilles de rayon 6,57mm, avec les films minces d'Aluminium « lisses », réalisés à une force maximale de 25N et à une vitesse de chargement de 0,2N/s. Lors du palier effectué à la force de 25N, la résistance électrique de contact chute de 72mΩ à 63mΩ soit un accroissement de 114,5% du rayon de contact équivalent calculé à l'aide de la relation II-75 de Nikolić. Cette augmentation de l'aire de contact peut provenir des propriétés viscoplastiques de l'Aluminium. Concernant l'étape de déchargement, la force nécessaire pour ne plus avoir de contact électrique est d'environ -2,7N. Ce type d'adhésion déjà observé par [\[PETHICA 1979\]](#) et [\[SLADE 1999\]](#) pour des contacts avec ou sans oxyde à l'interface, suggère la formation de ponts métalliques au niveau des fissures créées dans l'Alumine native. Toutefois, l'étape de décharge n'est pas étudiée pour l'essai de microinsertion, étant donné que le procédé de report de puce a pour objectif de créer un contact électrique permanent. La prochaine partie vise à déterminer la contrainte à la rupture de l'oxyde natif d'Aluminium à partir des résultats expérimentaux et d'une modélisation analytique de la formation du contact.



**Figure V-19 – Evolution de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ), durant la charge, le palier à force maximale et la décharge en fonction de la force appliquée pour un contact Al-Al « lisse », avec des lentilles de rayon 6,57mm.**

#### V.1.5 Modélisation analytique du contact sans singularité

L'intérêt principal de l'essai de compression de barreaux croisés réside dans le fait que c'est un contact identique au contact sphère-plan. Ainsi, la mécanique du contact hertzien peut être appliquée à l'essai de compression des lentilles avec les films minces d'Aluminium, en supposant que les lentilles se déforment uniquement dans le régime élastique (cf. § II.2.1.1) et en négligeant la contribution du film mince d'Aluminium à la géométrie du contact. L'objectif est ensuite de déterminer la déformation de l'Alumine native avant rupture à partir de la force appliquée, puis de calculer sa contrainte à la rupture connaissant son module d'Young. Pour cela, il faut supposer que les déformations radiales de l'Aluminium et de l'Alumine native sont imposées par la déformation élastique de la surface de la lentille.

Connaissant la force  $F_{rupt}$  à partir de laquelle le régime métallique transitoire apparaît, autrement dit lorsque l'oxyde natif d'Aluminium se fissure, et connaissant le rayon de contact élastique  $a_e$  avec l'équation II-33 et les propriétés élastiques de la lentille en Silice BK7 (module d'Young  $E$  et coefficient de Poisson  $\nu$  donnés Tableau III-6), il est possible de déterminer la déformation radiale à différentes positions radiales  $r$ , le long du rayon de contact élastique  $a_e$  (cf. [Annexe – B](#)). La déformation radiale de surface en traction dans un contact hertzien est maximale à la périphérie du contact et la déformation radiale de surface en compression est maximale au centre du contact [\[JOHNSON 1987\]](#). Ces déformations radiales maximales  $\varepsilon_{rupt}$ , atteintes avant rupture de l'Alumine native, sont données respectivement par les relations V-3 et V-4 :

$$\varepsilon_{xx,rupt}(r = a_e) = \frac{(1 - 2\nu)F_{rupt}}{2E.\pi a_e^2} \quad \text{V-3}$$

$$\varepsilon_{xx,rupt}(r = 0) = \frac{3(1 + 2\nu)F_{rupt}}{4E.\pi a_e^2} \quad \text{V-4}$$

Une fois ces déformations radiales calculées, il est possible d'estimer la contrainte normale à la rupture de l'Alumine native avec l'équation suivante :

$$\sigma_{xx,rupt} = \varepsilon_{xx,rupt} \cdot E_{Al_2O_3} \quad \text{V-5}$$

avec le module d'Young de l'Alumine native donné Tableau IV-12. Dans ces travaux, [\[TIMSIT 1980\]](#) émet l'hypothèse que la fracture se produit au centre du contact, là où la contrainte de compression est maximale. Or, dans un contact hertzien avec un matériau fragile, la fissure apparaît proche de la périphérie du contact, là où la contrainte de traction est maximale [\[JOHNSON 1987\]](#). Ainsi, à partir des valeurs de force  $F_{rupt}$  obtenues pour les différentes vitesses de chargement (1 à 12N), les déformations radiales de surface et les contraintes à la rupture de l'Alumine native sont calculées respectivement à partir des relations V-3, V-4 et V-5 et sont résumées dans le Tableau V-3.

	Déformation normale à la rupture ( $\varepsilon_{xx,rupt}$ )			Contrainte normale à la rupture ( $\sigma_{xx,rupt}$ )		
Vitesses de chargement <a href="#">[MERCIER 2012_1]</a>	0,1N/s	0,2N/S	1N/s	0,1N/s	0,2N/S	1N/s
$\varepsilon_{rupt}(r = a_e)$ (en traction) <a href="#">[MERCIER 2012_1]</a>	-1,1.10 <sup>-3</sup>	-6,5.10 <sup>-4</sup>	-4,8.10 <sup>-4</sup>	124MPa	73MPa	54MPa
$\varepsilon_{rupt}(r = 0)$ (en compression) <a href="#">[MERCIER 2012_1]</a>	4.10 <sup>-3</sup>	2,4.10 <sup>-3</sup>	1,7.10 <sup>-4</sup>	450MPa	260MPa	190MPa
$\varepsilon_{rupt}(r = 0)$ <a href="#">[TIMSIT 1980]</a>	3,5.10 <sup>-4</sup> – 5,0.10 <sup>-4</sup>			-		
$\varepsilon_{rupt}$ <a href="#">[GROSSKREUTZ 1969]</a>	1.10 <sup>-4</sup> – 3.10 <sup>-4</sup>			-		
Tableau V-3 – Comparaison des valeurs de déformation et de contrainte à la rupture de l'Alumine native.						

Ces valeurs expérimentales sont comparées aux valeurs obtenues par [TIMSIT 1980] et [GROSSKREUTZ 1969]. L'étude de [TIMSIT 1980] est une analyse d'essais de compression de sphères en Aluminium de rayon de courbure de 25cm sous vide à  $1.10^{-8}$ Torr. Les travaux de [GROSSKREUTZ 1969] se résument à des essais de traction réalisés sur des feuilles en Aluminium recouvertes d'un oxyde anodique amorphe épais de 300nm. Les déformations radiales à la rupture obtenues dans notre cas sont du même ordre de grandeur que celles mesurées par [TIMSIT 1980] et [GROSSKREUTZ 1969]. Si ces estimations sont correctes, elles induisent pour un module d'Young de 111,6GPa (cf. Tableau IV-12), une contrainte à la rupture en traction comprise entre 54 et 124MPa et une contrainte à la rupture en compression comprise entre 190 et 450MPa, fonction de la vitesse de chargement. Rappelons qu'une contrainte à la rupture d'environ 1 à 1,5GPa été calculée pour l'Alumine ALD amorphe épaisse de 40nm dans le chapitre IV.

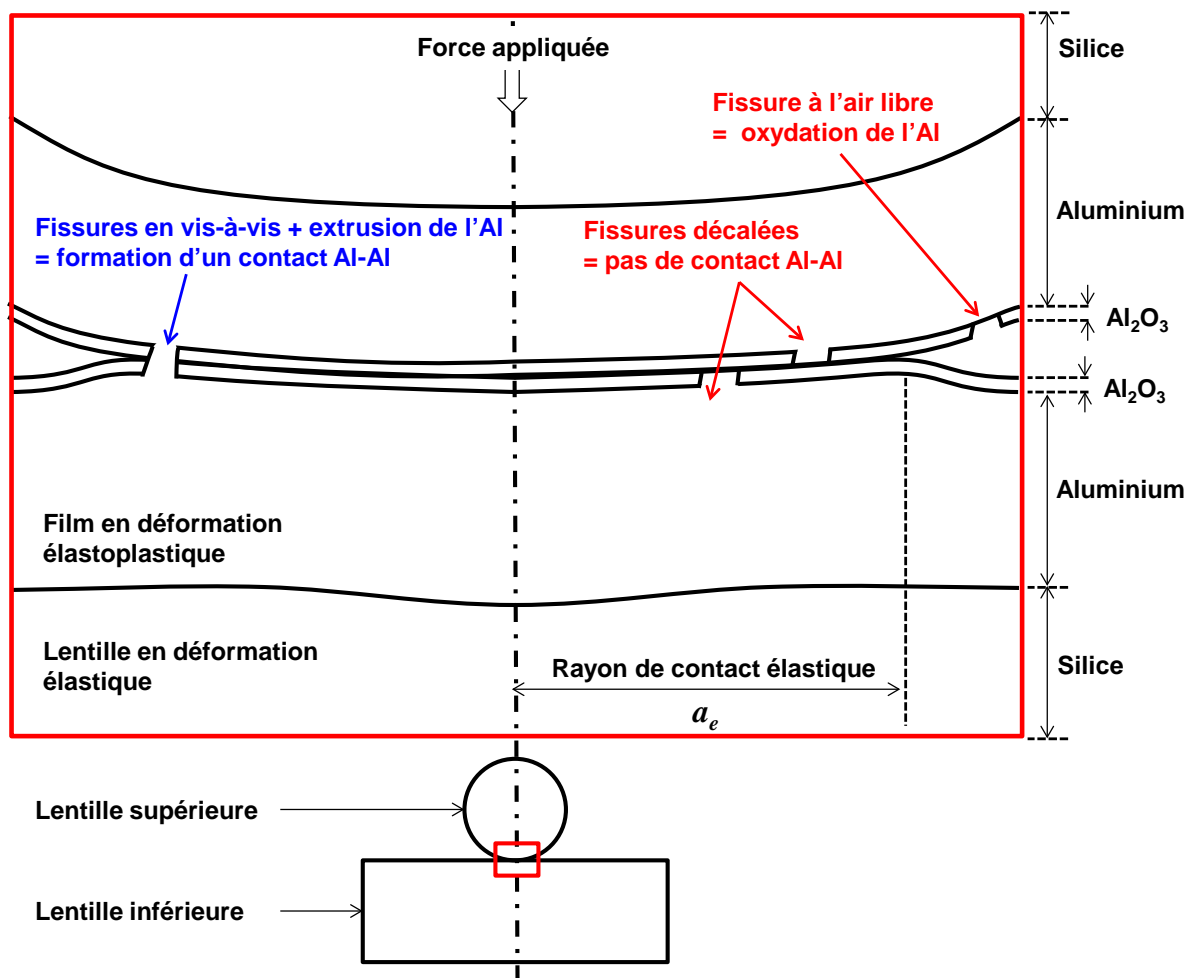


Figure V-20 – Schématisation de la vue en coupe d'un essai de compression de barreaux croisés avec fissuration de l'oxyde natif à l'interface.

Toutefois, ces estimations de contrainte à la rupture obtenue pour l'Alumine native dépendent de la vitesse de chargement et comme explicité dans la partie V.1.3.2, il n'y a aucune raison évidente de trouver une telle dépendance. Ce résultat peut provenir de l'influence de la viscoplasticité du film d'Aluminium et/ou d'un phénomène d'oxydation. Une des hypothèses les plus probables, est la compétition entre l'oxydation quasi instantanée de l'Aluminium au niveau de fissures créées au travers de l'oxyde natif à la périphérie de la zone de contact (là où il y a le maximum de contraintes de traction à la surface de l'Alumine) et la plus ou moins faible vitesse d'accroissement de la zone de contact (cf. Figure V-20). Une solution à ce problème aurait été de réaliser les essais de compression sous vide ou sous atmosphère contrôlée. Il est donc difficile de détecter à partir de ces différents

résultats électriques la force réelle à partir de laquelle l'Alumine native se fissure. Enfin, les valeurs obtenues avec la vitesse de chargement rapide (1N/s) sont utilisées par défaut dans la suite de ce travail, à savoir une contrainte à la rupture de 54MPa en traction et 190MPa en compression pour l'Alumine native.

La première partie de ce chapitre a permis d'établir un scénario de formation du contact dans le cas d'un contact Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al sans singularité, à l'aide d'une mesure expérimentale de la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée. Ce travail a également permis d'estimer des valeurs de contrainte à la rupture de l'Alumine native. Toutefois, l'analyse poussée des résultats a mis en évidence une influence notable de la vitesse de chargement lors des essais de compression sur l'extraction des paramètres critiques, telle que la force à la rupture, permettant de calculer une gamme de valeurs de contrainte à la rupture de l'Alumine, laquelle est faible devant la valeur trouvée lors des essais d'indentation dans l'Alumine ALD.

Les limites à la rupture pour l'Alumine amorphe varient de 52MPa (pour de l'Alumine native, mesurée lors de l'essai de compression des barreaux croisés) jusqu'à la gamme de 1 à 1,5GPa (pour de l'Alumine ALD, fonction de l'épaisseur du film d'Alumine, mesurée lors d'essais d'indentation sphérique). Cette grande différence nous oblige à remettre en question la validité de l'Alumine ALD comme modèle pour l'Alumine native, et à prendre en compte l'influence potentielle des joints de grains pour des films très minces comme sites facilitant l'amorçage de fissures. Cependant, la limite à la rupture d'un matériau en couche mince semblant dépendre de l'épaisseur du film et de la température de dépôt [JEN 2011], il n'est donc pas complètement aberrant d'obtenir un tel écart de limite à la rupture entre l'Alumine native et l'Alumine ALD.

Enfin, la prochaine partie de ce chapitre V est axée sur l'étude du contact avec singularité, et plus précisément du contact réalisé lors de l'essai de microinsertion avec un plot de Nickel et un film mince d'Al(Cu).

## **V.2. Etude du contact avec singularité : l'essai de microinsertion**

Le contact avec singularité, réalisé lors d'un essai de microinsertion, est étudié dans cette partie. Les résultats mécaniques obtenus dans le chapitre IV et dans la première partie de ce chapitre sont ici utilisés, afin d'interpréter les mécanismes de fissuration de l'oxyde natif à l'origine de la formation du contact dans le cas de l'essai de microinsertion. Un scénario de formation du contact mécanique et électrique entre le microinsert de Nickel rugueux et le film mince d'Al(Cu) lisse prenant en compte la présence de la singularité géométrique est élaboré, puis étayé à l'aide de modélisations analytiques et de simulations réalisées avec la méthode des éléments finis.

### **V.2.1 Essai mécanique de microinsertion avec un plot de Nickel**

#### **V.2.1.1. Résultats expérimentaux**

Au cours de sa thèse, Diop a analysé le contact mécanique réalisé lors d'essais de microinsertion, en étudiant l'influence de la pression maximale (0,8, 1,6 et 3,2GPa), l'influence du diamètre du microinsert de Nickel (6, 8,5 et 12,5µm), et le fluage du film d'Aluminium (avec un palier de 600s à fortes forces) (cf. § III.2.5) [DIOP 2009]. Dans cette partie concernant l'étude de l'essai mécanique de microinsertion, différents essais sont réalisés à température ambiante avec un seul diamètre de microinsert d'environ 12µm et avec les différents films d'Al(Cu) présentés dans la première partie du chapitre IV. Par manque de temps, seuls les échantillons d'Al(Cu) A et B ont pu être étudiés (avec des tailles de grain respectives de 1,2 et 4,5µm). Le protocole suivi lors de ces essais mécaniques est celui donné dans le § III.2.2.1. Les deux étapes importantes de ce protocole

sont la charge rapide de 1s et le palier à force maximale pour étudier le fluage. La force maximale appliquée est de 370mN pour atteindre une pression d'environ 3,2GPa et le palier dure 600s. Les courbes force-déplacement obtenues lors de ces essais en fonction des différents films d'Al(Cu), corrigées de la dérive thermique (de l'ordre de 0,15nm/s), sont présentées Figure V-21. Les valeurs de déplacement maximal et de longueur de palier de fluage mesurées à partir de ces courbes sont répertoriées dans le Tableau V-4.

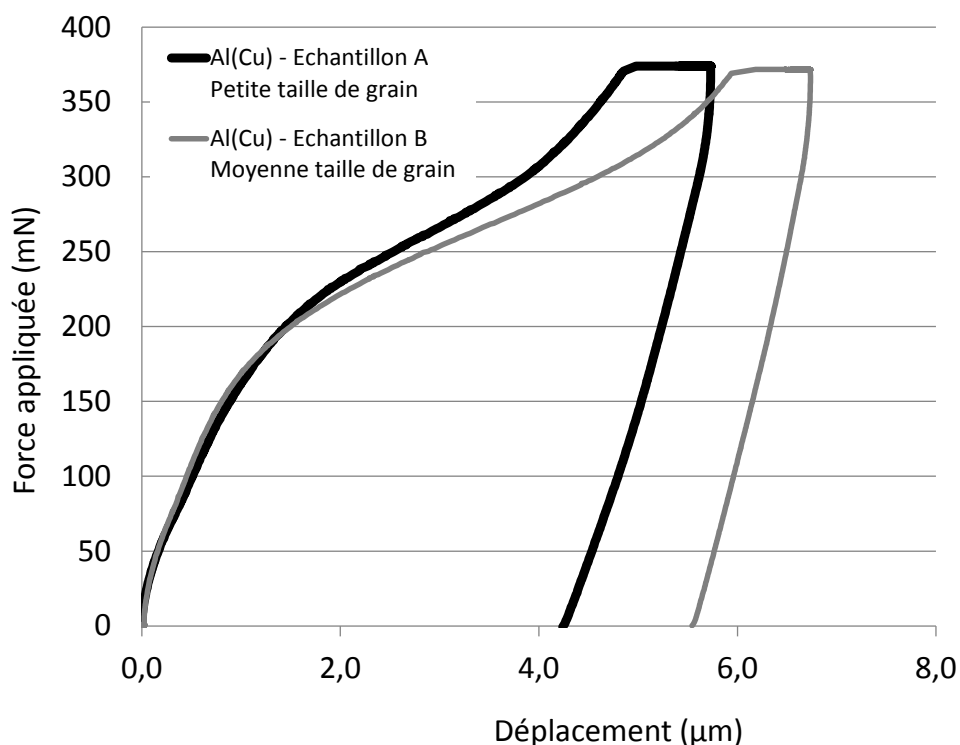


Figure V-21 – Courbes force-déplacement obtenues lors d'essais de microinsertion avec un plot de Nickel et différents films minces d'Al(Cu).

	Microinsertion dans l'échantillon A d'Al(Cu)	Microinsertion dans l'échantillon B d'Al(Cu)
Taille de grain de l'Al(Cu)	1,2µm	4,5µm
Nombre moyen de grains en contact avec le microinsert	20 à 30 grains	4 à 6 grains
Force maximale appliquée	371mN	373mN
Déplacement maximal atteint avant palier à force maximale	4,84µm	5,94µm
Longueur du palier à force maximale	0,97µm	0,82µm
Hauteur et diamètre du microinsert avant microinsertion	Hauteur = 8,8µm Diamètre = 12,6µm	Hauteur = 8,2µm Diamètre = 12,1µm
Hauteur et diamètre du microinsert après microinsertion	Hauteur = 5,4µm Diamètre = 11 à 20µm	Hauteur = 3,7µm Diamètre = 12 à 20µm
Hauteur du bourrelet autour de l'empreinte	-	(873±27)nm
Tableau V-4 – Résultats obtenus à partir de la courbe force-déplacement des essais mécaniques de microinsertion et des observations topographiques des microinserts et des empreintes.		

Les courbes force-déplacement Figure V-21 mettent en évidence l'influence de la taille de grain du film d'Al(Cu), par la différence des valeurs de déplacement mesurées avant et après le palier à force maximale. Une profondeur d'insertion de  $4,84\mu\text{m}$  est atteinte à force maximale avec l'échantillon d'Al(Cu) avec la petite taille de grain, et de  $5,94\mu\text{m}$  avec l'échantillon d'Al(Cu) avec la moyenne taille de grain, soit 23% de plus. Cette différence peut être attribuée à l'effet Hall-Petch, se traduisant pour l'échantillon d'Al(Cu) avec la petite taille de grain, par un durcissement aux joints de grain (accumulation des dislocations aux joints de grain) plus rapide et plus important, entraînant une déformation totale de l'empilement plus faible.

Toutefois, l'enfoncement le plus important mesuré lors du palier à force maximale est obtenu avec l'échantillon d'Al(Cu) avec la petite taille de grain. Lors de cette étape à force constante, d'autres mécanismes de plasticité peuvent être activés à des niveaux de déformation élevés, comme par exemple le fluage diffusionnel de Coble et de Nabarro-Herring [FROST 1992], en fonction de la température et de la taille de grain. Le fluage de Coble se traduit par une diffusion des atomes le long des joints de grains, induisant ainsi une déformation du matériau et un glissement des joints de grains, tandis que le fluage de Nabarro-Herring se traduit par une diffusion des atomes dans le réseau entraînant un accroissement de la taille des grains (cf. Figure V-22). Ainsi, plus la taille de grain du matériau est petite et plus ce fluage diffusionnel est significatif, avec des vitesses de déformation proportionnelles à l'inverse du cube de la taille de grain du matériau pour le fluage de Coble et à l'inverse du carré de la taille de grain du matériau pour le fluage de Nabarro-Herring [FROST 1982]. Les essais de microinsertion étant réalisés à température ambiante, le fluage de Coble est prépondérant sur le fluage de Nabarro-Herring. Ainsi, ce mécanisme de plasticité permet d'expliquer la longueur du palier à force maximale, plus importante pour l'Al(Cu) avec la petite taille de grain. En parallèle, les différentes étapes du procédé de microinsertion se font à une température de  $60^\circ\text{C}$ , sauf pour la phase de réticulation de la colle « époxy », laquelle se déroule à une température comprise entre  $120$  et  $200^\circ\text{C}$ . D'après les cartes de déformation de Frost-Ashby pour l'Aluminium, données en [Annexe – E](#), le fluage du type Nabarro-Herring peut se produire à partir de températures proches de 0,85 fois la température de fusion de l'Aluminium (soit environ  $560^\circ\text{C}$ ), pour des tailles de grain de  $4,5$  et  $5,8\mu\text{m}$ . Ainsi, le fluage de Coble reste prépondérant lors de l'étape de thermocompression du procédé de microinsertion. En conclusion, il est probable qu'il y ait une compétition à température ambiante entre les différents mécanismes de plasticité (durcissement de Hall-Petch et fluage diffusionnel de Coble) permettant à l'Al(Cu) de se déformer en fonction du type et de la durée de la sollicitation mécanique.

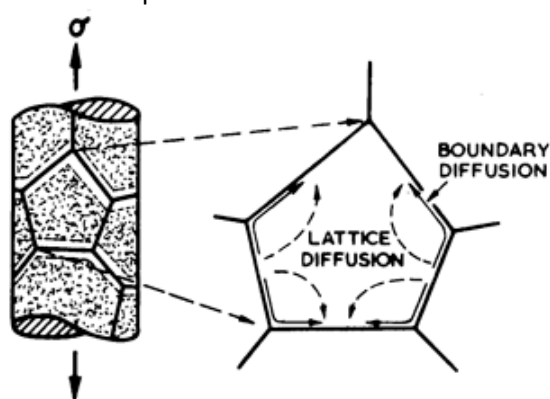
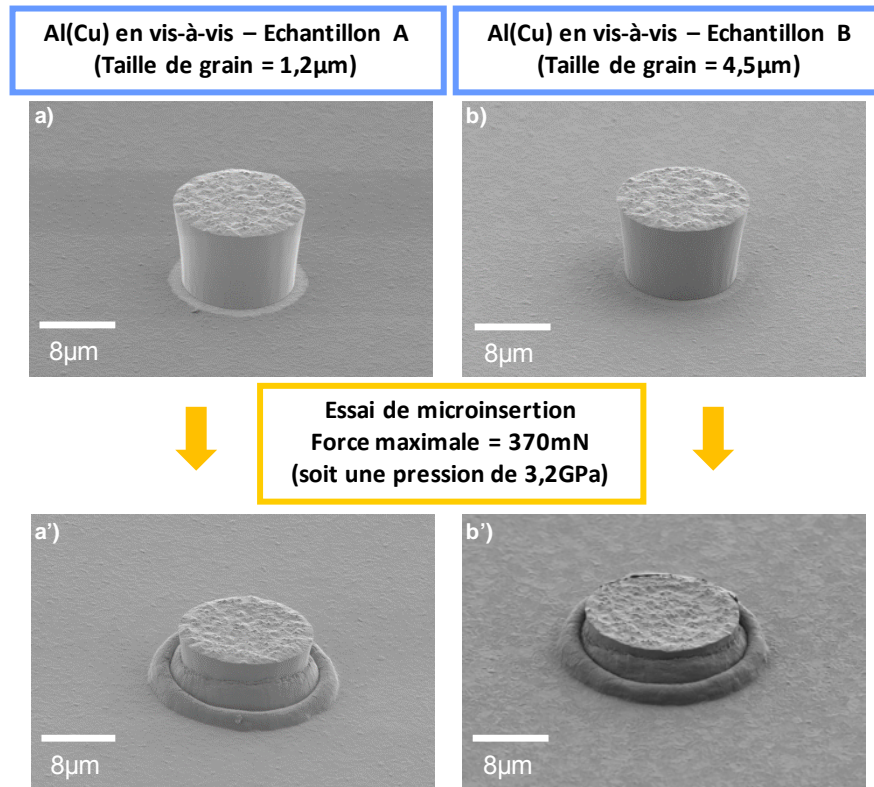


Figure V-22 – Illustration du fluage diffusionnel [FROST 1982].

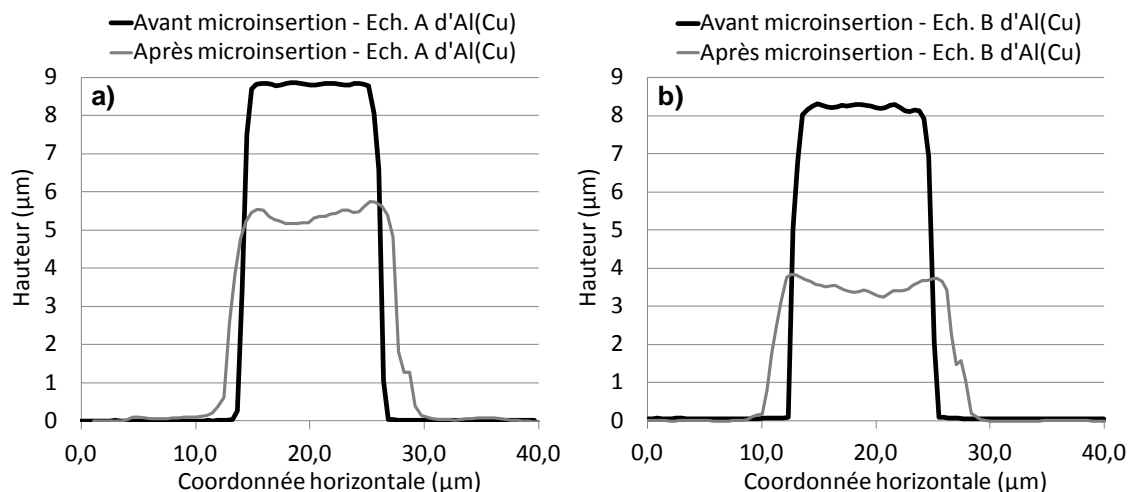
Les observations MEB et les mesures de topographie des microinserts obtenues à l'aide d'un microscope interférentiel (WYKO-RST), avant et après essai de microinsertion, permettent de mettre en évidence les différents degrés de déformation du microinsert selon le film d'Al(Cu) utilisé (cf. Figure V-23 et Figure V-24). Ces observations révèlent une déformation élastoplastique du microinsert de Nickel et de sa base (empilement Ti/Cu/Ti/Al(Si)), avec un accroissement du diamètre



du microinsert et l'enfoncement de ce dernier dans sa base, entraînant la formation d'un bourrelet périphérique. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Diop durant sa thèse [DIOP 2009].



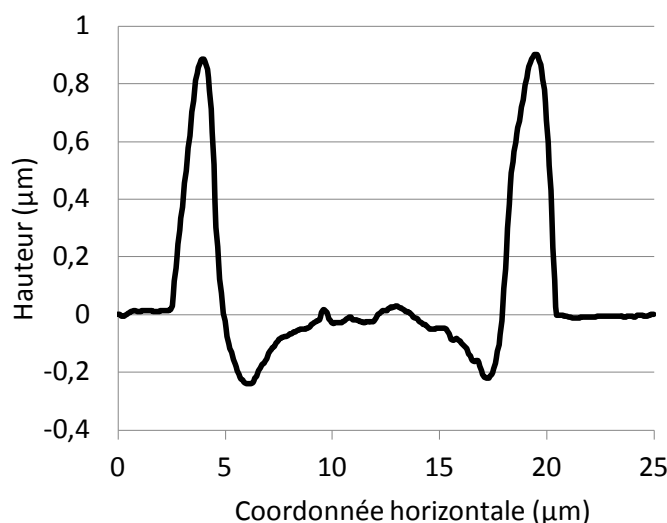
**Figure V-23 – Observations microscopiques de microinserts avant et après essais de microinsertion réalisés avec (a et a') l'échantillon A d'Al(Cu) et (b et b') l'échantillon B d'Al(Cu).**



**Figure V-24 – Mesures moyennes de la topographie des microinserts avant et après essais de microinsertion réalisés (a) avec l'échantillon A d'Al(Cu) avec la petite taille de grain et (b) avec l'échantillon B d'Al(Cu) avec la moyenne taille de grain.**

L'empreinte résiduelle dans le cas de l'essai de microinsertion avec l'échantillon B d'Al(Cu) de moyenne taille de grain est également observée à l'AFM et un profil moyen de la topographie de surface est donnée Figure V-25. Ce profil concave avec la présence de bourrelets en périphérie de la zone de contact, concorde avec les hypothèses émises par Diop sur la présence d'une contrainte hydrostatique au centre bloquant la plastification de l'Al(Cu) et d'un écoulement latéral de l'Al(Cu) vers l'extérieur du contact, à cause de la compression par le microinsert de Nickel et le substrat de

Silicium oxydé. Enfin, à partir de ces différents résultats expérimentaux, la prochaine étape de ce travail d'analyse consiste à modéliser le contact réalisé par microinsertion.



**Figure V-25 – Mesures moyennes (deux profils perpendiculaires) de la topographie de l'empreinte résiduelle laissée dans l'échantillon B d'Al(Cu) après essai de microinsertion.**

#### V.2.1.2. Modélisation analytique de l'essai mécanique de microinsertion

De nombreux modèles mécaniques ont été élaborés afin d'analyser l'insertion d'un poinçon cylindrique plat dans un matériau massif (cf. § II.2.1.2). Parmi ces modèles, les modèles élastiques de [\[JORDAN 1999\]](#) ou [\[DIOP 2009\]](#) permettent de déterminer à l'aide de la relation II-52, la répartition de la contrainte normale à l'interface de contact normalisée par la limite d'élasticité de l'Al(Cu) déterminée dans le chapitre IV (cf. Figure V-25). La répartition est donnée selon la coordonnée radiale rapportée sur le rayon de contact élastique. La divergence de la contrainte au bord du microinsert est clairement mise ici en évidence (cf. Figure V-26). Cette divergence théorique dans le cas d'un contact élastique n'existe bien évidemment pas dans un contact élastoplastique. Ce modèle élastique permet cependant de donner une borne supérieure au rayon de la zone centrale du contact qui n'est pas en déformation plastique, en faisant simplement l'approximation que la zone en déformation plastique corresponde au rayon pour lequel la contrainte normale réduite est supérieure à 1. Ainsi, l'évolution de la zone en déformation élastique sous le microinsert est donnée Figure V-27. Selon le modèle de [\[JORDAN 1999\]](#), l'Al(Cu) plastifie (autrement dit lorsque la contrainte normale à l'interface est égale à la limite élastique de l'Al(Cu)) sur la totalité de la zone de contact, pour une pression appliquée de 0,103 GPa pour l'échantillon A et de 0,77 GPa pour l'échantillon B.

Or, ces modèles élastiques ne permettent pas de décrire l'écoulement plastique de l'Al(Cu) sous le plot de Nickel durant l'essai de microinsertion. Quelques auteurs ont toutefois cherché à modéliser analytiquement l'essai d'indentation élastoplastique avec un poinçon cylindrique plat dans un matériau massif [\[JOHNSON 1987\]](#). Deux modèles principaux sont alors identifiés : le modèle de cavité sphérique et le modèle dit de « slip line ». Mais à la vue de la complexité du problème de l'essai de microinsertion (*i.e.* empilements de films minces, influence de la rugosité, fluage...), seul un jeu de simulations numériques permet une analyse fine du contact réalisé (par exemple [\[LEE 1970\]](#) et [\[RICCARDI 2004\]](#)). Avant de chercher à modéliser le contact à l'aide de la méthode des éléments finis, les résultats et l'analyse de l'essai de microinsertion avec mesure électrique sont présentés dans la prochaine partie.

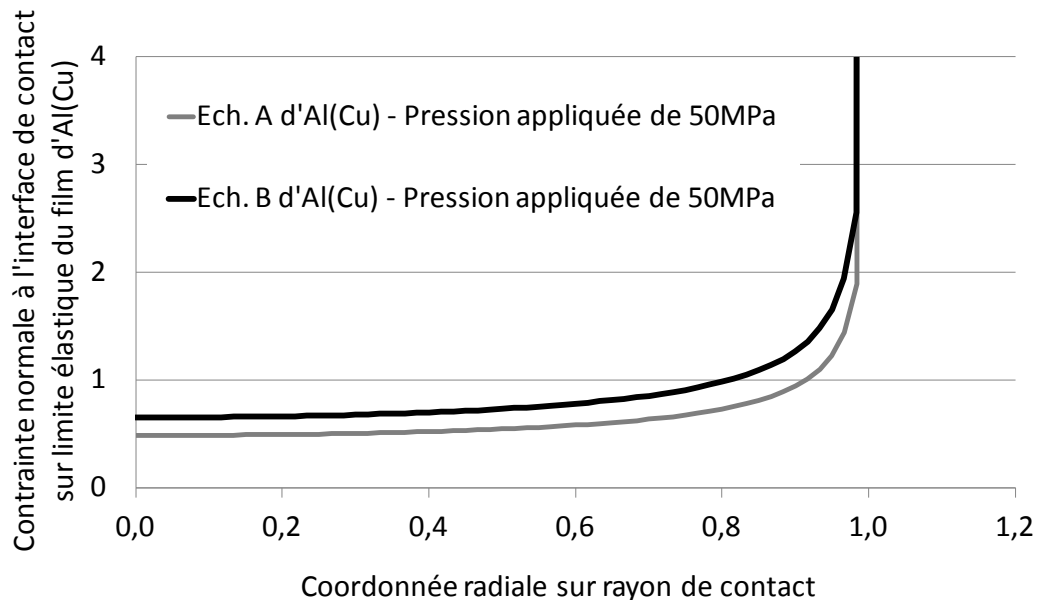


Figure V-26 – Répartition de la contrainte normale à l'interface de contact normalisée par la limite d'élasticité de l'Al(Cu) [JORDAN 1999].

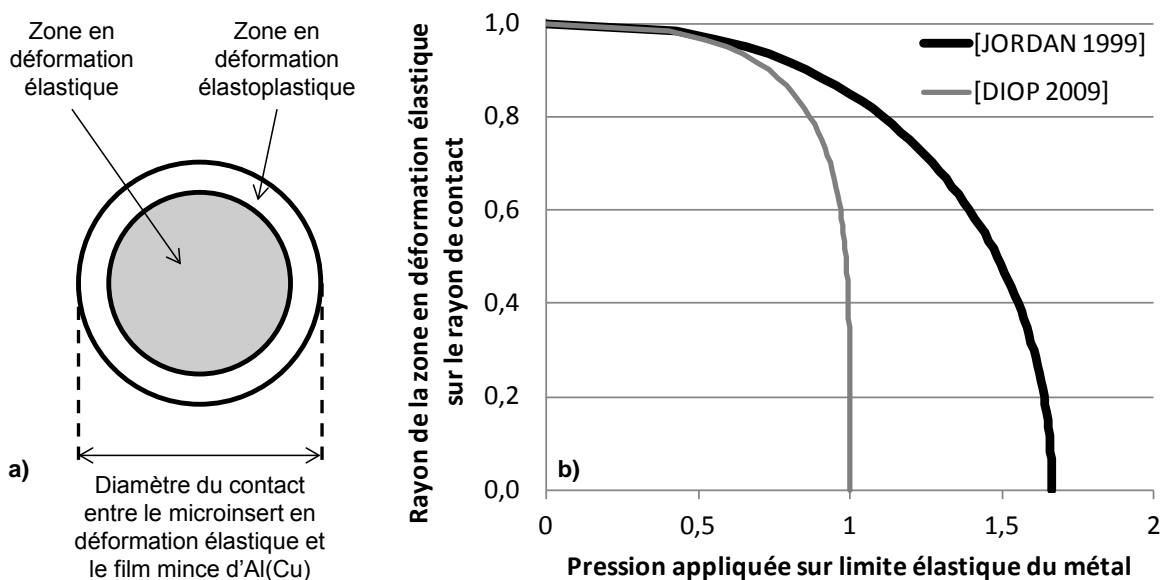


Figure V-27 – a) Schématisation (vue de dessus) des différentes zones en déformations dans le film d'Al(Cu) et b) évolution du rayon de la zone en déformation élastique en fonction de la pression appliquée selon [JORDAN 1999] et [DIOP 2009].

## V.2.2 Essai de microinsertion avec mesure électrique

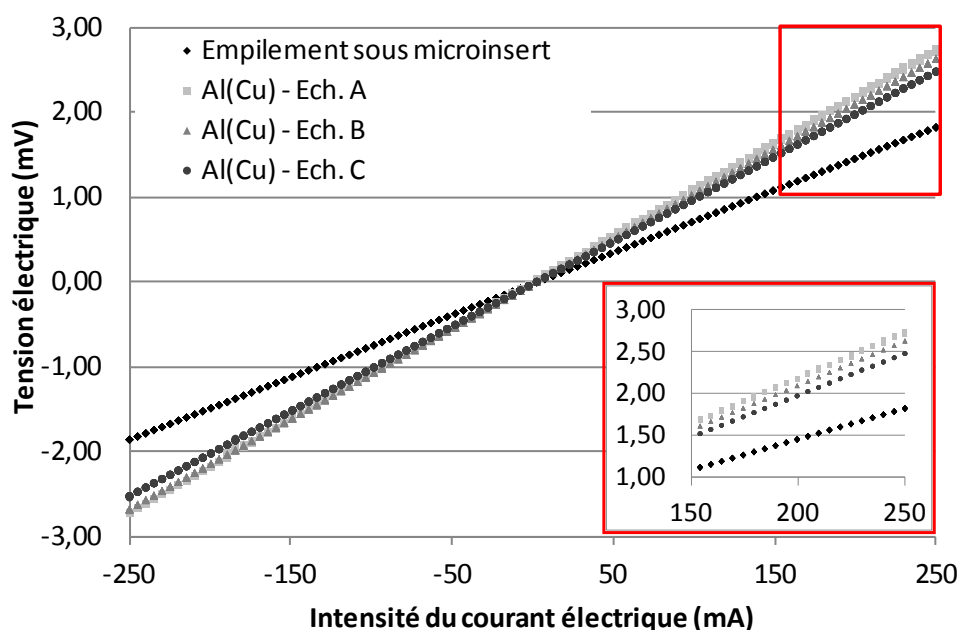
Les résultats expérimentaux obtenus lors d'un essai de microinsertion couplé à une mesure de la résistance électrique de contact sont décrits dans cette partie, suivis d'une analyse du contact électrique formé.

### V.2.2.1. Résultats expérimentaux

Avant de réaliser l'essai de microinsertion avec mesure électrique, les résistivités électriques des différents films minces sont mesurées dans un premier temps selon la méthode de [SMITS 1958] et [TOPSOE 1968], en suivant le protocole décrit dans le § V.1.1. Les valeurs de résistance de

« spreading » permettant de calculer la résistivité électrique sont obtenues à partir des pentes des droites  $V(I)$ , tracées Figure V-28. Les mesures sont réalisées à température ambiante et les valeurs de résistivité électrique extraites avec la relation II-82 sont données Tableau V-5. Le substrat de Silicium oxydé et l'oxyde thermique de Silicium sont supposés isolants, avec des résistivités électriques respectives de l'ordre de  $10^{6-7} \mu\Omega \cdot \text{cm}$  (selon le fournisseur) et de  $10^{24} \mu\Omega \cdot \text{cm}^{bb}$  à température ambiante.

Les valeurs expérimentales pour l'Al(Cu) sont comprises entre la valeur moyenne pour l'Aluminium massif et la valeur moyenne obtenue par [MAYADAS 1968] sur des films polycristallins d'Aluminium pur avec des épaisseurs de 100nm à 1 $\mu\text{m}$ . D'après les résultats obtenus, l'influence de la taille de grain sur les valeurs de résistivité électrique est mise en évidence, avec une augmentation de cette dernière pour une diminution de la taille de grain, comme le démontre [MAYADAS 1968]. La valeur de résistivité électrique évaluée pour l'empilement est obtenue à partir de la résistance de couche mesurée en mode 4 pointes et en prenant une épaisseur équivalente de 1,3 $\mu\text{m}$ , soit la somme de toutes les épaisseurs des différents films métalliques (Ti, Cu et Al(Si)).



**Figure V-28 – Détermination des résistances de couche de l'empilement Ti/Cu/Ti/Al(Si) sous le microinsert et des différents films d'Al(Cu).**

L'essai de microinsertion entre un microinsert de Nickel et un film mince d'Al(Cu) de taille de grain 4,5 $\mu\text{m}$  (Echantillon B), couplé à la mesure de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) est effectué selon le protocole décrit dans le § III.2.4. Ce protocole se résume à une charge jusqu'à une force d'environ 362mN (soit 3,2GPa) et une décharge, durant chacune 300s et sans la présence d'un palier à force maximale. La mesure de la dérive thermique se fait avant et après la charge, à une force de 0,64mN (soit une pression de 5,7MPa). Aucune mesure électrique n'a malheureusement été réalisée durant la mesure de cette dérive thermique (de l'ordre de 0,04nm/s). La courbe force-déplacement corrigée de la dérive thermique et l'évolution de la  $R_{EC}$  en fonction de la force appliquée uniquement durant la charge (pour un souci de clarté) sont tracées respectivement Figure V-29 et Figure V-30. Les observations microscopiques du microinsert et de la surface de l'Al(Cu) relatives à cet essai avant et après essai de microinsertion sont données Figure V-31.

<sup>bb</sup> <http://www.memsnet.org>

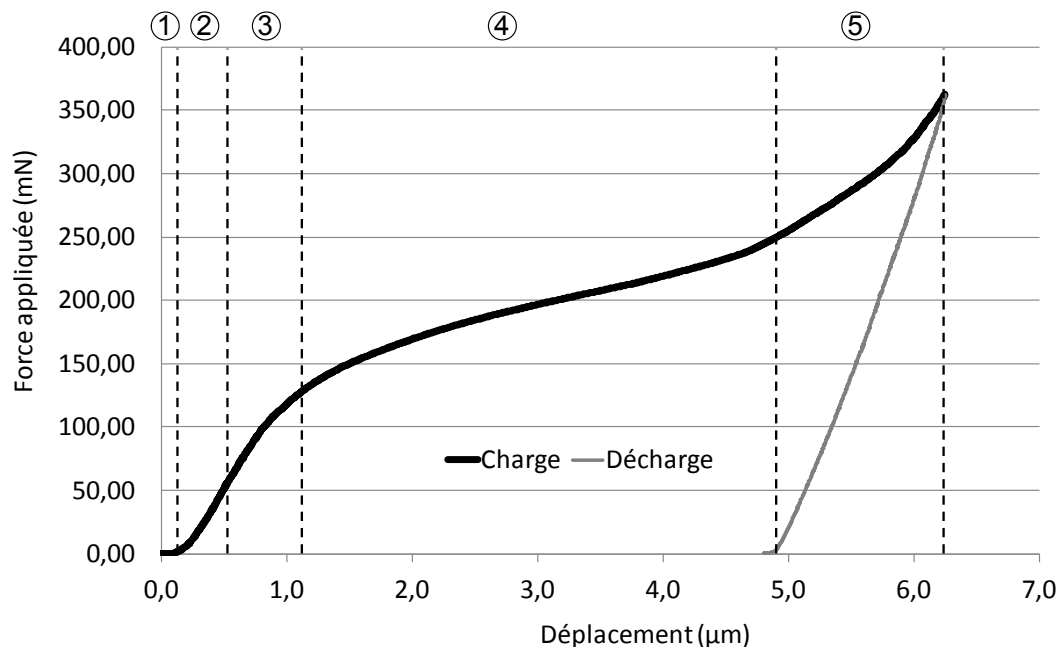
	Taille de grain	Résistivité électrique expérimentale	Résistivité électrique bibliographique
Al(Cu) – Echantillon A	1,2 $\mu$ m	3,2 $\mu\Omega$ .cm	2,65 $\mu\Omega$ .cm (à 25°C) <sup>1</sup> 2,71 $\mu\Omega$ .cm (à 25°C) <sup>2</sup> 4,4 $\mu\Omega$ .cm <sup>3</sup>
Al(Cu) – Echantillon B	4,5 $\mu$ m	3,1 $\mu\Omega$ .cm	
Al(Cu) – Echantillon C	5,8 $\mu$ m	2,9 $\mu\Omega$ .cm	
Al(Si wt-1%)	-	-	3,85 $\mu\Omega$ .cm (à 25°C) <sup>2</sup>
Cu	-	-	1,65 $\mu\Omega$ .cm (à 25°C) <sup>1</sup>
Ti	-	-	41,6 $\mu\Omega$ .cm <sup>4</sup>
Ti/Cu/Ti/Al(Si)	-	4,3 $\mu\Omega$ .cm	-
Ni	-	-	6,84 $\mu\Omega$ .cm (à 25°C) <sup>1</sup>
<b>Tableau V-5 – Valeurs de résistivités électriques des différents matériaux mis en jeu.</b>			

<sup>1</sup>[FECHANT 2003] – Al et Ni massif à 25°C.

<sup>2</sup>[BRANDT 2007] – Al et Al(Si wt-5%) massifs à 25°C.

<sup>3</sup>[MAYADAS 1968] – Films minces d'Al d'épaisseurs compris entre 200nm et 1 $\mu$ m, et à 23°C.

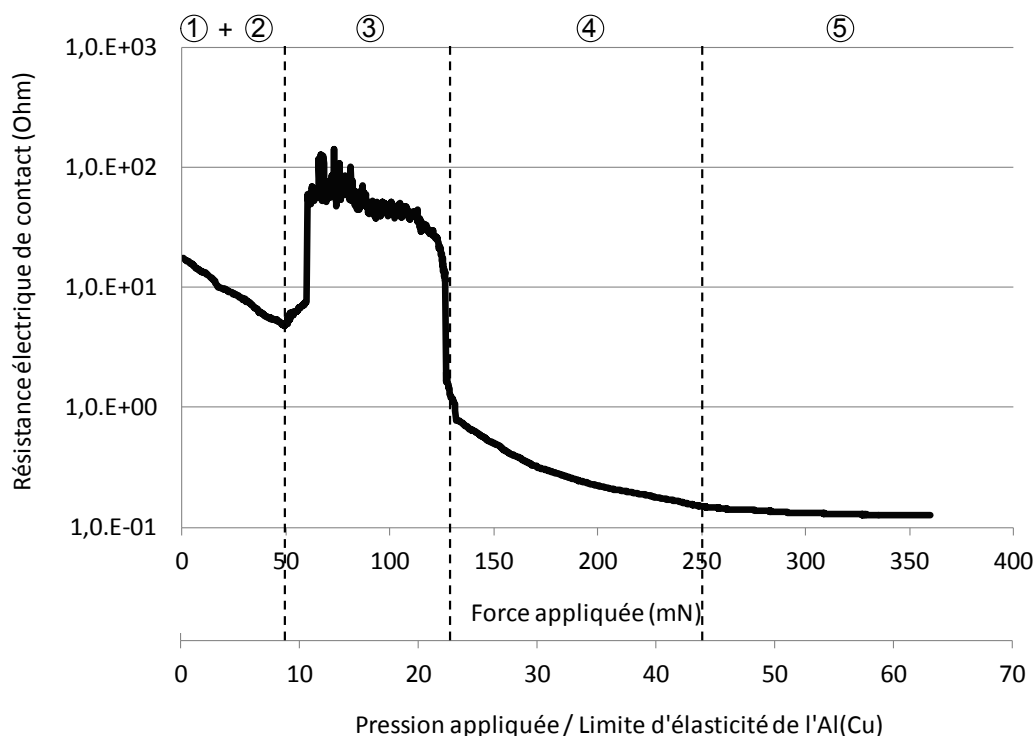
<sup>4</sup>[SLADE 1999]



**Figure V-29 – Courbe force-déplacement obtenue lors d'un essai de microinsertion avec mesure électrique entre un plot de Nickel et un film mince d'Al(Cu).**

L'allure de la courbe force-déplacement obtenue est différente de celles obtenues pour les essais mécaniques, étant donné que les étapes de chargement sont différentes. Mais, elle reste cohérente avec les résultats déjà obtenus par [DIOP 2009]. Notons que la valeur de déplacement final de 6,25 $\mu$ m est plus grande que dans le cas de l'essai mécanique décrit précédemment § V.2.1, avec respectivement une valeur de 5,94 $\mu$ m. Cette tendance s'inverse pour la hauteur du bourrelet périphérique de l'Al(Cu). La hauteur mesurée avec un palier à forte force de 600s est de 873nm contre une hauteur de 447nm en l'absence de ce palier et donc en l'absence de fluage diffusionnel. Concernant l'évolution de la  $R_{EC}$ , une décroissance de deux décades est mesurée (17,6 $\Omega$  à 0,13 $\Omega$ ), avec un passage transitoire entre 50 et 130mN, où la  $R_{EC}$  augmente jusqu'à 141 $\Omega$ . Cette zone de transition avait déjà été observée par [DIOP 2009], lors d'essais de mesure de la  $R_{EC}$  avec les deux types de microinserts de diamètres 6 et 12,5 $\mu$ m (cf. Figure III-41). Cette zone peut être la conséquence d'un écoulement plastique de matière dans l'empilement sous le microinsert ou dans l'Al(Cu). A la vue de ces deux courbes expérimentales, cinq zones spécifiques sont différenciées dans

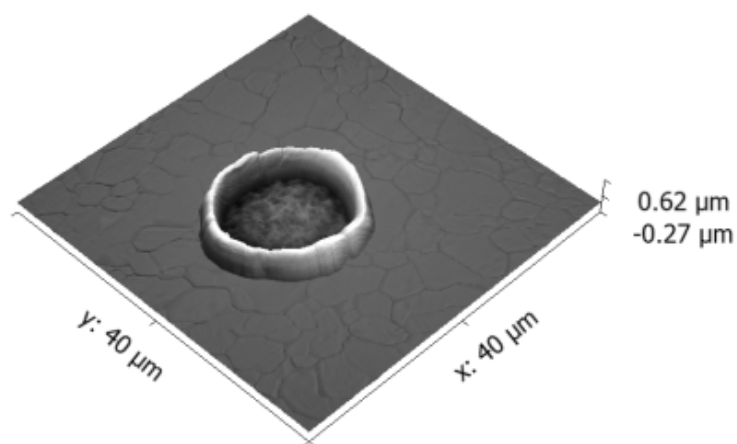
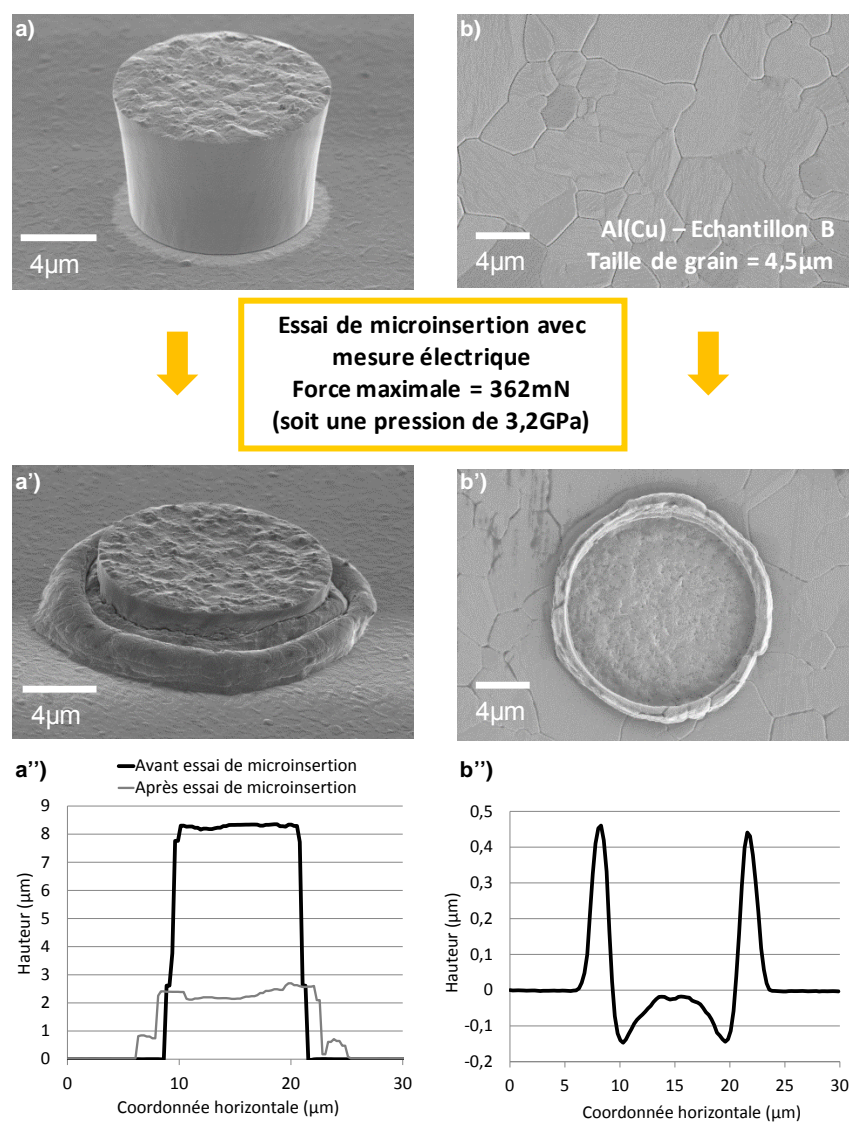
l'établissement de la  $R_{EC}$ . Ces cinq étapes de la formation du contact sont décrites dans le Tableau V-6.



**Figure V-30 – Evolution de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ), en fonction de la force appliquée (charge uniquement) lors d'un essai de microinsertion entre un plot de Nickel et un film mince d'Al(Cu).**

	Gamme de déplacements	Gamme de forces (et de pressions <sup>1</sup> )	Evolution de la $R_{EC}$
<b>Etape 1 (précharge + dérive thermique)</b>	0 à 0,15 $\mu\text{m}$ (soit 0 à 23% de l'épaisseur du film d'Al(Cu))	0 à 2 mN	17,6 à 4,9 $\Omega$
<b>Etape 2</b>	0,15 à 0,5 $\mu\text{m}$ (soit 23 à 77% de l'épaisseur du film d'Al(Cu))	2 à 50 mN (0,02 à 0,44 GPa)	
<b>Etape 3 (zone de transition)</b>	0,5 à 1,2 $\mu\text{m}$	50 à 130 mN (0,44 à 1,14 GPa)	4,9 à 0,8 $\Omega$ (avec une remontée jusqu'à 141 $\Omega$ )
<b>Etape 4</b>	1,2 à 4,9 $\mu\text{m}$	130 à 250 mN (1,14 à 2,21 GPa)	0,80 à 0,15 $\Omega$
<b>Etape 5 (« fortes forces »)</b>	4,9 à 6,3 $\mu\text{m}$	250 à 362 mN (2,21 à 3,20 GPa)	0,15-0,13 $\Omega$
<b>Tableau V-6 – Les étapes de la formation du contact lors d'un essai de microinsertion.</b>			

<sup>1</sup>Les pressions sont calculées en prenant un diamètre fixe de microinsert de 12  $\mu\text{m}$ .





Il est important de souligner que la mesure de la résistance électrique a été paramétrée afin d'éviter d'atteindre les températures de fusion du Nickel et de l'Al(Cu) (cf. § II.4.2). En imposant une tension électrique de 1mV aux bornes du contact, la température du contact reste proche de la température ambiante d'après la relation de Kohlrausch (cf. § II.4). Ainsi, aucun fluage à haute température de type Nabarro-Herring ne peut être activé avec ces conditions expérimentales.

Afin de pouvoir comparer la  $R_{EC}$  mesurée en fonction de la force avec celles mesurées par [\[DIOP 2009\]](#), un bilan descriptif des paramètres expérimentaux, des échantillons et des résultats obtenus est établi Tableau V-7. D'après ce tableau comparatif, il semble que la rugosité de surface du microinsert de Nickel et la dureté du film d'Aluminium soient des facteurs prépondérants sur la valeur finale de la résistance électrique de contact mesurée à forte force. Malheureusement, par manque de temps, il n'a pas été possible de réaliser d'autres essais de microinsertion avec les autres échantillons d'Al(Cu). La prochaine étape de ce travail d'analyse est la modélisation analytique de la formation du contact électrique réalisé lors de l'essai de microinsertion.

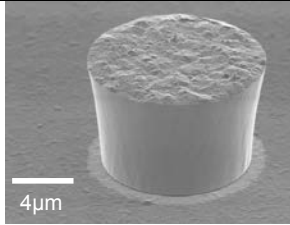
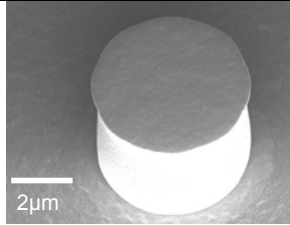
#### V.2.2.2. Analyse de la formation du contact électrique

L'objectif de cette partie est de modéliser analytiquement la décroissance de la  $R_{EC}$  en fonction de la force appliquée, dans le but de déterminer la nature du contact électrique (capacitif ou métallique) et de quantifier l'aire de contact électrique.

D'après les résultats obtenus dans la première partie de ce chapitre, l'effet tunnel est supposé être prépondérant aux faibles forces si les rugosités respectives du microinsert de Nickel et du film d'Al(Cu) sont relativement faibles. Or, il a été vu dans la partie IV.2, lors de la caractérisation du microinsert de Nickel, que la rugosité de surface de ce dernier est relativement importante en comparaison avec celle du film d'Al(Cu). Ainsi, il est possible de supposer que les premières aspérités de Nickel en contact avec le film d'Al(Cu) aux faibles forces (inférieures à 2mN), forment un contact métallique avec le film d'Al(Cu), par fissuration de l'oxyde natif  $Al_2O_3$  (et de l'oxyde natif de Nickel). Il est difficile d'estimer une valeur de résistance tunnel dans ce type de contact, car nous ne connaissons ni l'épaisseur exacte d'oxyde de Nickel (environ 1nm à température ambiante selon [\[GRAHAM 1972\]](#)), ni l'énergie de la barrière tunnel Al(Cu)/ $Al_2O_3$ /(oxyde de Nickel)/Ni. Ainsi, le contact électrique établi lors de cet essai de microinsertion est supposé être métallique même aux faibles forces. Notons que pour une force de 2mN, l'aire de contact calculée avec l'équation de la dureté III-23, en prenant une dureté de 190MPa pour l'Al(Cu), est égale à  $10,6\mu m^2$ , soit 8,1% de la surface totale du microinsert.

Ainsi, en supposant que le contact formé entre les rugosités de Nickel et le film d'Al(Cu) est métallique (jonctions Ni-Al(Cu)), il est possible de calculer le rayon de contact équivalent en utilisant la relation II-75 de [\[NIKOLIC 1999\]](#), à partir des valeurs de  $R_{EC}$  en fonction de la force appliquée. Mais pour cela, il faut supposer que l'intégralité de la  $R_{EC}$  provienne uniquement des jonctions métalliques créées au travers de fissures dans l'oxyde natif à l'interface de contact, et que le bourrelet périphérique se formant au pied du microinsert ne touche pas l'autre bourrelet en vis-à-vis se formant dans la cible d'Al(Cu). D'après les topographies de surface résiduelles mesurées précédemment (cf. Tableau V-7), il y a environ 500nm entre les bourrelets périphériques se formant d'une part au pied du microinsert et d'autre part dans la cible d'Al(Cu) à fortes forces, en supposant que le microinsert ait pénétré jusqu'à une profondeur de 650nm dans l'Al(Cu).



	Microinsertion avec mesure électrique (diamètre de 12µm) <a href="#">[MERCIER 2012 2]</a>	Microinsertion avec mesure électrique (diamètre de 6µm) <a href="#">[DIOP 2009]</a>	Microinsertion avec mesure électrique (diamètre de 12,5µm) <a href="#">[DIOP 2009]</a>
Observation MEB du microinsert			-
Empilement sous microinsert	Cu(250nm)/ Al(Si)(1µm)/Si/SiO <sub>2</sub>	Cu(500nm)/Al(1µm)/SiO <sub>2</sub> /Si	
Rugosité de surface du microinsert de Nickel	Elevée	Faible	-
Caractéristiques du film mince d'Aluminium	650nm d'Al(Cu) et une taille de grain de 4,5µm	500nm d'Al PVD	
Empilement sous le film d'Aluminium	SiO <sub>2</sub> /Si	WN(250nm)/ W(10nm)/SiO <sub>2</sub> /Si	
Dureté de l'Aluminium et du Nickel	0,19GPa / 3GPa	0,7GPa / 4,5GPa	
Dureté moyenne de l'empilement sous le microinsert	≈ 1GPa	≈ 1GPa	
Force maximale appliquée	362mN	92mN	400mN
Hauteur et diamètre du microinsert <u>avant</u> microinsertion	Hauteur = 8,2µm Diamètre = 12,3µm	Hauteur ≈ 5µm	
Hauteur et diamètre du microinsert <u>après</u> microinsertion	Hauteur = 2,2µm Diamètre = 13 à 19µm (selon la hauteur)	-	-
Diamètre interne de l'empreinte résiduelle	13µm	-	-
Hauteur du bourrelet autour de l'empreinte	(447±12)nm	-	-
Déplacement maximal atteint à la force maximale	6,25µm (soit 76% de la hauteur initiale du microinsert)	2µm (soit 40% de la hauteur initiale du microinsert)	2,2µm (soit 44% de la hauteur initiale du microinsert)
Pression apparente correspondant à la force maximale	3,2GPa		
Paramètres de la mesure électrique	±1mV / 500mA (soit 2mΩ au minimum)	±1mV / 1mA (soit 1Ω au minimum)	
Résistance électrique $R_{EC}$ à faibles forces	17,6Ω	>200Ω	>200Ω
Résistance électrique $R_{EC}$ à fortes forces	126mΩ	20Ω	5Ω
Tableau V-7 – Comparaison des résultats obtenus par <a href="#">[MERCIER 2012 2]</a> et <a href="#">[DIOP 2009]</a> .			

Avant de calculer le rayon de contact équivalent, nous cherchons à corriger la  $R_{EC}$  mesurée des résistances électriques induites par le microinsert de Nickel et les différentes interfaces métalliques, à l'aide d'une modélisation simple du contact. Un schéma électrique équivalent du contact réalisé par microinsertion est donné Figure V-33. La résistance électrique réelle de contact  $R_c$  est alors équivalente à l'inverse de la somme des résistances électriques en parallèle introduites par chaque jonction métallique Ni-Al(Cu) créée au travers des fissures dans l'oxyde natif. Cette résistance électrique réelle de contact peut être exprimée à l'aide de la relation V-7.

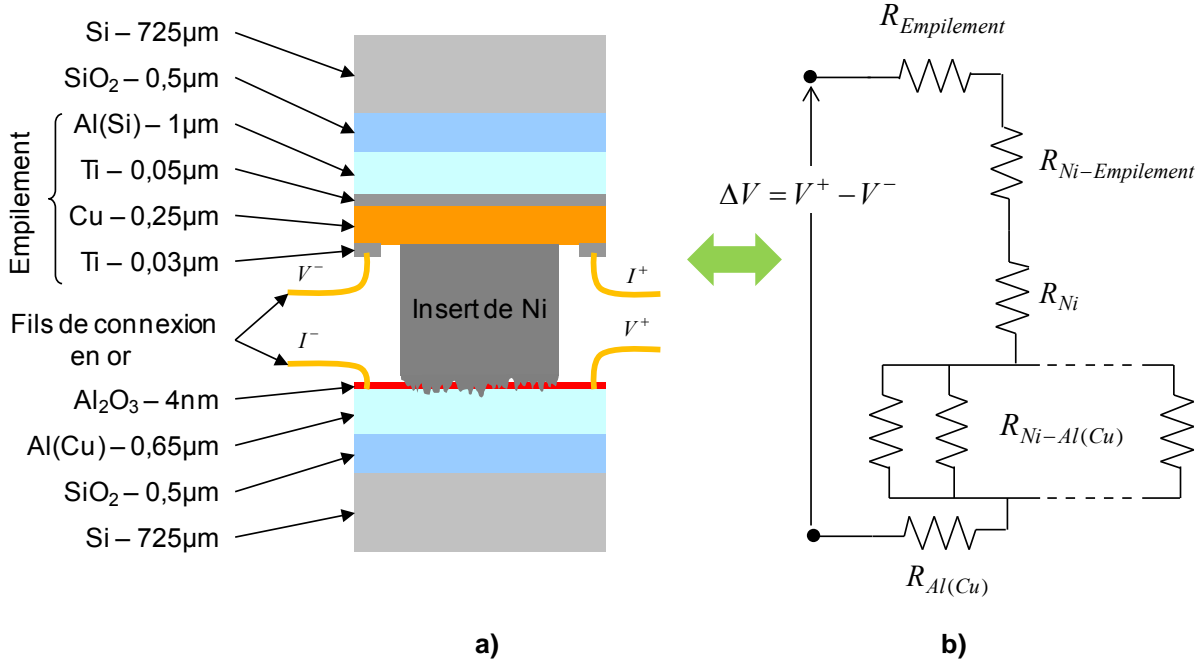


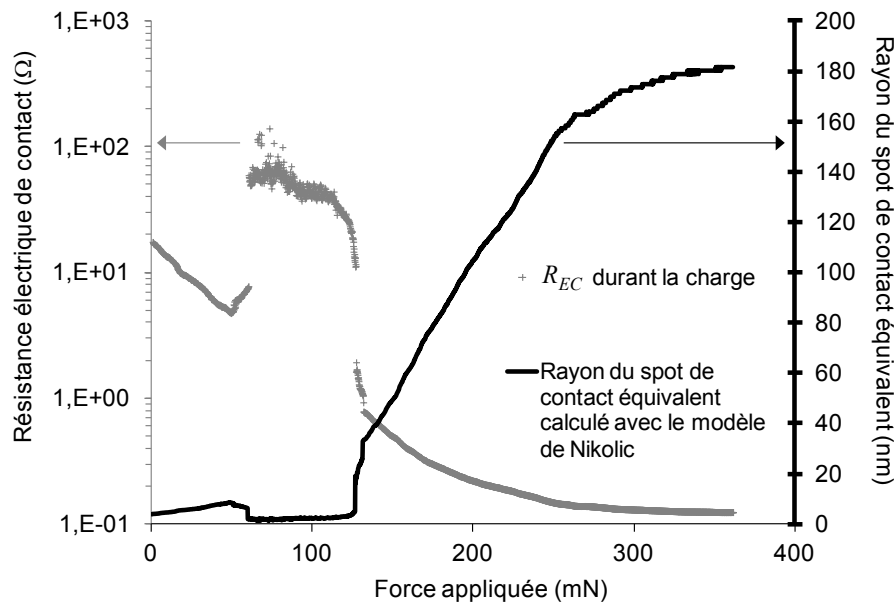
Figure V-33 – a) Schématisation du contact électrique réalisé lors de l'essai de microinsertion et b) un schéma électrique équivalent.

$$R_c = \left( \frac{1}{\sum R_{Ni-Al(Cu)}} \right)^{-1} \quad \text{V-6}$$

$$R_c = R_{EC} - (R_{Al(Cu)} + R_{Ni} + R_{Ni-Empilement} + R_{Empilement}) \quad \text{V-7}$$

Dans le calcul de la résistance électrique réelle de contact, les résistances électriques du film mince d'Al(Cu)  $R_{Al(Cu)}$  (10,6 mΩ) et de l'empilement de couches minces métalliques sous le microinsert  $R_{Empilement}$  (7,4 mΩ) sont approximées à l'aide des résistances électriques de « spreading » tracées Figure V-28. La résistance électrique du microinsert de Nickel  $R_{Ni}$  est obtenue à l'aide de la relation II-65 et vaut entre 4,4 mΩ (à force nulle) et 1,7 mΩ (à la force maximale) à cause de l'augmentation du diamètre et de la diminution de la hauteur du microinsert, toutes deux liées à sa déformation plastique. Enfin, la résistance électrique de l'interface entre le microinsert de Nickel et l'empilement de films minces sous-jacent  $R_{Ni-Empilement}$  est évaluée à 2,2 mΩ pour une constriction courte limitée par l'épaisseur du film [NORBERG 2006]. Cet effet correspond à la courbure des lignes de courant (ou « crowding ») dans le plan du film à la périphérie de la zone de contact. Cette résistance correspond à la résistance de « crowding » et est obtenue en multipliant la résistance électrique par un facteur correctif de 1,05. La somme de ces différentes résistances électriques est

alors comprise entre 21,9 et 24,6mΩ. Ainsi, la résistance électrique de contact  $R_{EC}$  corrigée de ces résistances additionnelles, donnant alors  $R_c$ , est tracée en fonction de la force appliquée pour l'étape de charge Figure V-34, avec en parallèle l'évolution du rayon de contact équivalent de Nikolić, calculé en prenant un libre parcours moyen des électrons de 16,2nm dans l'Al(Cu) et de 6nm dans le Nickel [ASHCROFT 1976].



**Figure V-34 – Evolutions de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) corrigée et du rayon de spot de contact équivalent calculé avec le modèle de Nikolić pour le contact Ni(rugueux)-Al(Cu) réalisé lors de l'essai de microinsertion, en fonction de la force appliquée.**

D'après la Figure V-34, le rayon de contact équivalent est du même ordre de grandeur que le libre parcours moyen des électrons dans le Nickel et l'Al(Cu) pour des forces allant jusqu'à 130mN. Cela indique donc que le mode de transport est de type balistique pour les trois premières étapes de la formation du contact électrique. A partir de la force de 130mN jusqu'à la force maximale appliquée, le rayon de contact équivalent augmente de 26 à 224nm et la résistance électrique de contact  $R_c$  corrigée diminue de 0,8 à 0,1Ω. A la force maximale, le rapport de l'aire de contact électrique sur l'aire de contact mécanique (surface totale de contact) est d'environ 0,14%, ce qui conforte l'idée de la formation d'un contact électrique de type métallique avec des jonctions Ni-Al(Cu) au travers de fissures dans l'oxyde natif. Notons que dans la relation de Nikolić, la résistivité électrique des matériaux de contact intervient, et que dans le calcul précédent (cf. Figure V-34), la formation potentielle de composés intermétalliques plus résistifs n'a pas été prise en compte (cf. Tableau II-1).

Les valeurs du rayon de contact équivalent pour chaque étape de la formation du contact électrique sont données Tableau V-8, ainsi que les valeurs calculées à partir des résistances électriques mesurées à force maximale par [DIOP 2009], lesquelles mettent en évidence un régime de transport balistique à force maximale dans le cas de l'étude de [DIOP 2009].

### V.2.2.3. Scénario de formation du contact

Un scénario de formation du contact est proposé à partir des résultats mécaniques et électriques obtenus lors des essais de microinsertion. Ce scénario se base également sur les conclusions de [DIOP 2009] obtenues lors de l'étude de la déformation des matériaux de contact en fonction de la force appliquée III.39). Ainsi, une description d'un point de vue mécanique et

électrique de la formation progressive du contact en fonction de la force appliquée est réalisée (cf. Tableau V-9 et Figure V-35 ). Cette description reprend les cinq étapes observées précédemment sur les courbes de la force en fonction du déplacement et de l'évolution de la  $R_{EC}$  en fonction de la force appliquée (ou de la pression appliquée, en prenant un diamètre fixe de microinsert de 12 $\mu$ m).

Source	Force appliquée	Résistance électrique de contact corrigée	Rayon de contact équivalent <a href="#">[NIKOLIC 1999]</a>	Aire de contact électrique sur aire de contact mécanique*
<a href="#">[MERCIER 2012 2]</a> ( $\varnothing$ 12 $\mu$ m)	2mN	17,6 $\Omega$	4nm	4,3 <sup>E</sup> -05% 4,6 <sup>E</sup> -04%**
	50mN	4,9 $\Omega$	9nm	1,2 <sup>E</sup> -04%
	130mN	0,8 $\Omega$	26nm	1,9 <sup>E</sup> -03%
	250mN	0,12 $\Omega$	184nm	9,4 <sup>E</sup> -02%
	362mN	0,10 $\Omega$	224nm	0,14%
	362mN	0,13 $\Omega$ ***	195nm	0,11%
<a href="#">[DIOP 2009]</a> ( $\varnothing$ 6 $\mu$ m)	92mN	20 $\Omega$ ***	3,7nm	1,5 <sup>E</sup> -04%
<a href="#">[DIOP 2009]</a> ( $\varnothing$ 12,5 $\mu$ m)	400mN	5 $\Omega$ ***	8,4nm	1,8 <sup>E</sup> -04%
<b>Tableau V-8 – Tableau récapitulatif du rayon de contact équivalent obtenu avec le modèle de Nikolić en fonction de la force appliquée.</b>				

\*Aire de contact mécanique calculée en prenant la surface totale de contact.

\*\* Aire de contact mécanique calculée à partir de l'équation de la dureté III-23 [\[ABBOTT 1933\]](#).

\*\*\*Valeur non corrigée.

	Description de l'étape de formation du contact mécanique	Type de contact électrique et régime de transport
<b>Etape 1</b>	Pénétration des aspérités de Nickel dans le film d'Al(Cu). Le film d'Al(Cu), le microinsert et sa base sont supposés être macroscopiquement en déformation élastique.	Contact métallique avec un régime de transport balistique
<b>Etape 2</b>	Déformation élastoplastique du film d'Al(Cu) et de la base du microinsert.	
<b>Etape 3</b>	Le microinsert est supposé être toujours en déformation élastique.	
<b>Etape 4</b> <b>Etape 5</b>	Déformation élastoplastique du film d'Al(Cu), du microinsert et de sa base.	Faible influence de la force dans l'évolution de la $R_{EC}$ .
<b>Tableau V-9 – Scénario de formation du contact lors d'un essai de microinsertion avec un microinsert rugueux et film d'Al(Cu) mou.</b>		

Un essai de microinsertion purement mécanique, réalisé pour une force maximale de 120mN (soit une pression de 1,1GPa), permet d'illustrer la formation du contact (étapes 1 à 3). Un déplacement total d'environ 1 $\mu$ m a alors été mesuré. Les bourrelets périphériques résiduels sont d'environ 100nm autour de l'empreinte dans le film d'Al(Cu) et de 1 $\mu$ m autour du microinsert. Une observation tridimensionnelle de l'empreinte résiduelle est donnée Figure V-37. Le microinsert a subi une déformation élastique, étant donné que les diamètres mesurés avant et après essai de microinsertion sont les mêmes.

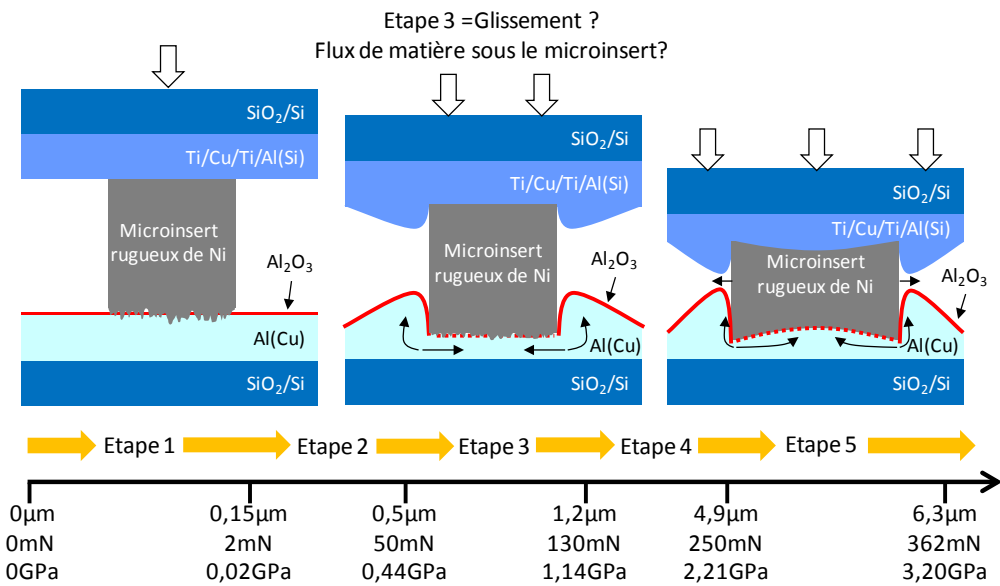


Figure V-35 – Schématisation du scénario de formation du contact lors d'un essai de microinsertion entre un microinsert dur et rugueux, et un film d'Al(Cu) mou et lisse.

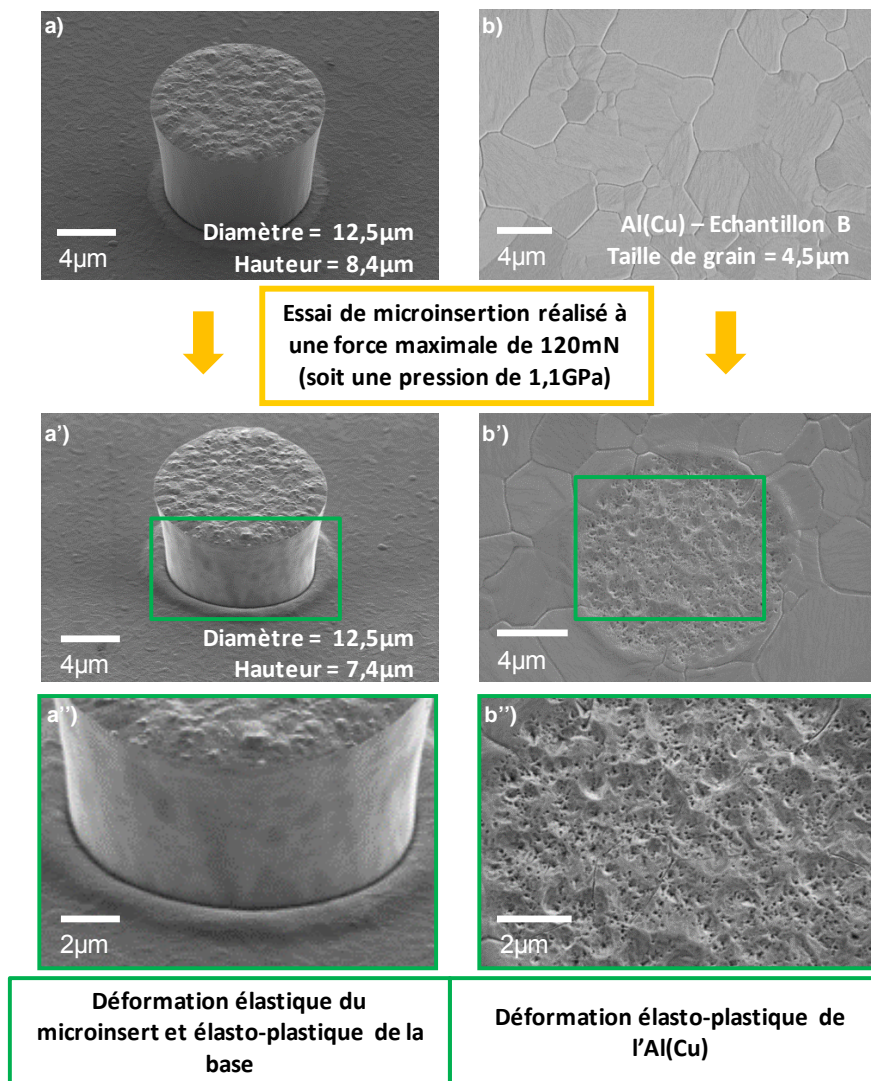
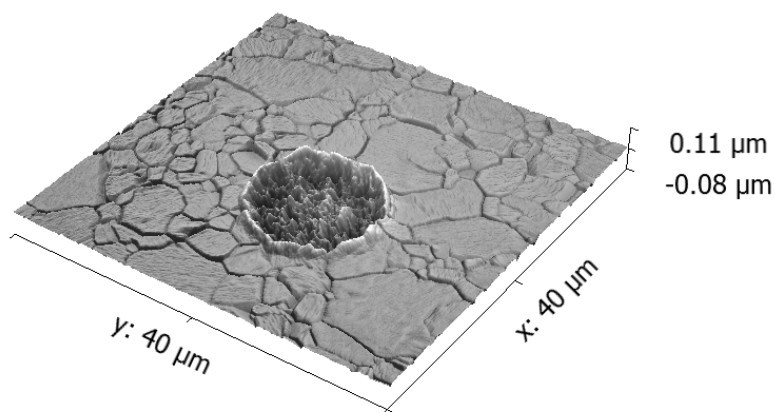


Figure V-36 – Observations au MEB d'un microinsert et du film d'Al(Cu) avant et après un essai de microinsertion étayant les étapes 1,2 et 3 du scénario de formation du contact.



**Figure V-37 – Vue tridimensionnelle de l’empreinte résiduelle dans l’Al(Cu) mesurée à l’AFM pour l’essai de microinsertion à 120mN.**

En conclusion, les résultats obtenus lors des essais de microinsertion ont permis d’élaborer un scénario de formation du contact en fonction de la force appliquée. Les résultats ont également permis de mettre en évidence l’importance de la rugosité de surface du microinsert de Nickel et l’importance de la dureté du film d’Al(Cu) sur l’établissement d’un contact électrique métallique avec une faible résistance électrique. Enfin, avant de terminer l’analyse de l’essai de microinsertion avec mesure électrique, divers résultats sur le contact réalisé par microinsertion sont présentés dans une dernière partie.

#### V.2.2.4. Résultats divers sur l’essai de microinsertion

L’objet de cette dernière partie est de discuter de certains résultats particuliers obtenus lors de l’essai de microinsertion avec mesure électrique. Lors de l’essai, la mesure électrique a été effectuée durant la charge, mais également lors de la décharge, bien que dans le procédé de microinsertion, l’assemblage de puces ne soit pas voué à être décollé. L’évolution de la résistance électrique de contact non corrigée en fonction de la force appliquée est donnée Figure V-38. Cette courbe met en évidence une zone de transition lors de la décharge (entre 8 et 50mN), avec une élévation de la résistance électrique de contact, similaire à celle observée lors de l’étape de charge. Cette transition comme évoquée précédemment peut être attribuée à un écoulement de matière dans l’empilement sous le microinsert ou dans l’Al(Cu). Toutefois, le fait d’observer cette zone de transition durant la charge et la décharge incite à supposer que la déformation doit être en partie élastique ou bien qu’un autre phénomène puisse se produire, comme un glissement à l’interface de contact entre le microinsert de Nickel et le film d’Al(Cu) par exemple.

Ainsi, en observant de plus près l’empreinte résiduelle dans le film d’Al(Cu), il est possible de voir des rayures longues de 300 à 400nm (cf. Figure V-39). Ces rayures peuvent alors être la preuve d’un glissement pouvant entraîner une perte du contact métallique Ni-Al(Cu) et ainsi provoquer une élévation de la résistance électrique de contact, comme observée durant la zone de transition. Enfin, avant de terminer sur ces résultats expérimentaux, notons la présence de traces noires aux joints de grains post-essai (cf. Figure V-40), caractéristiques de composés organiques en microscopie MEB en électrons rétrodiffusés. Ces traces noires ne sont visibles que pour les essais de microinsertion couplés avec une mesure électrique, bien que les échantillons soient passés avant l’essai dans un équipement de gravure plasma O<sub>2</sub>, afin de retirer les couches organiques de surface (*i.e.* résidus de résine par exemple ou contamination de surface...). Il se peut donc qu’il y ait un phénomène de migration de la contamination organique résiduelle de surface, avec une accumulation le long des joints des grains, sous l’effet du passage d’un courant électrique. Cette contamination organique peut alors entraîner une hausse de la résistivité électrique macroscopique du film d’Al(Cu) et donc



une élévation de la  $R_{EC}$ , si cette contamination diffuse le long des joints de grains (étant donné une diffusion élevée des impuretés aux joints de grains à température ambiante pour la plupart des métaux) [MISHIN 1999].

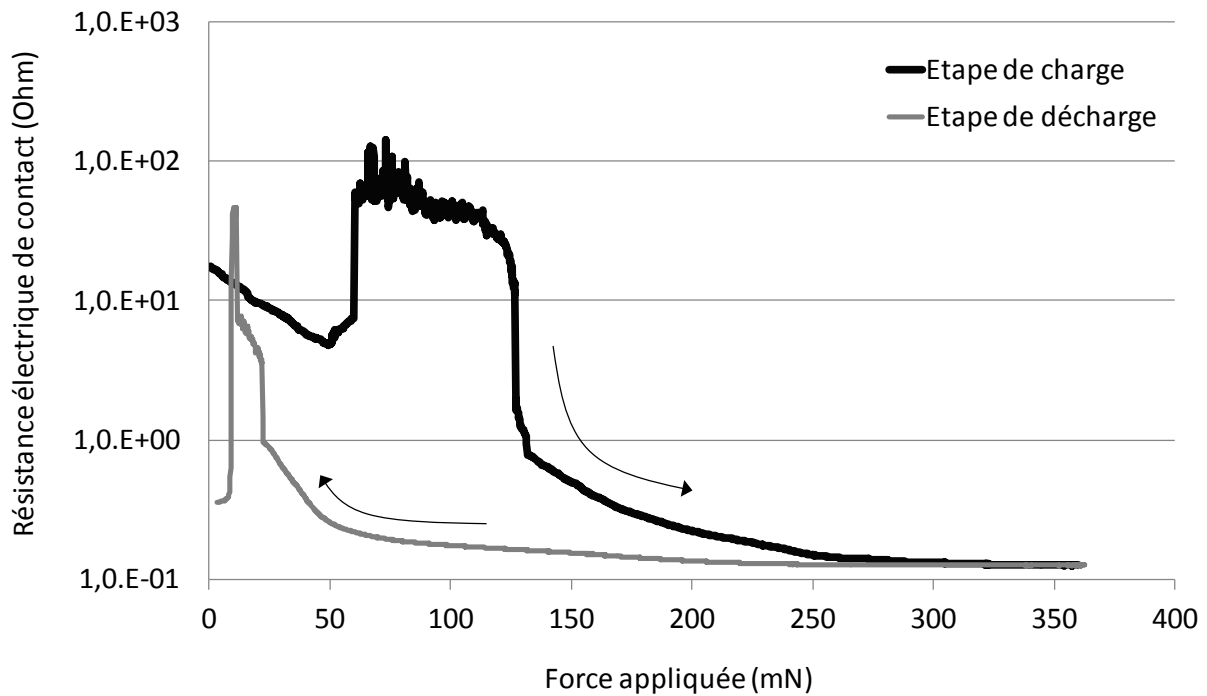


Figure V-38 – Evolution de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ), en fonction de la force appliquée (charge et décharge) lors d'un essai de microinsertion entre un plot de Nickel rugueux et un film mince d'Al(Cu).

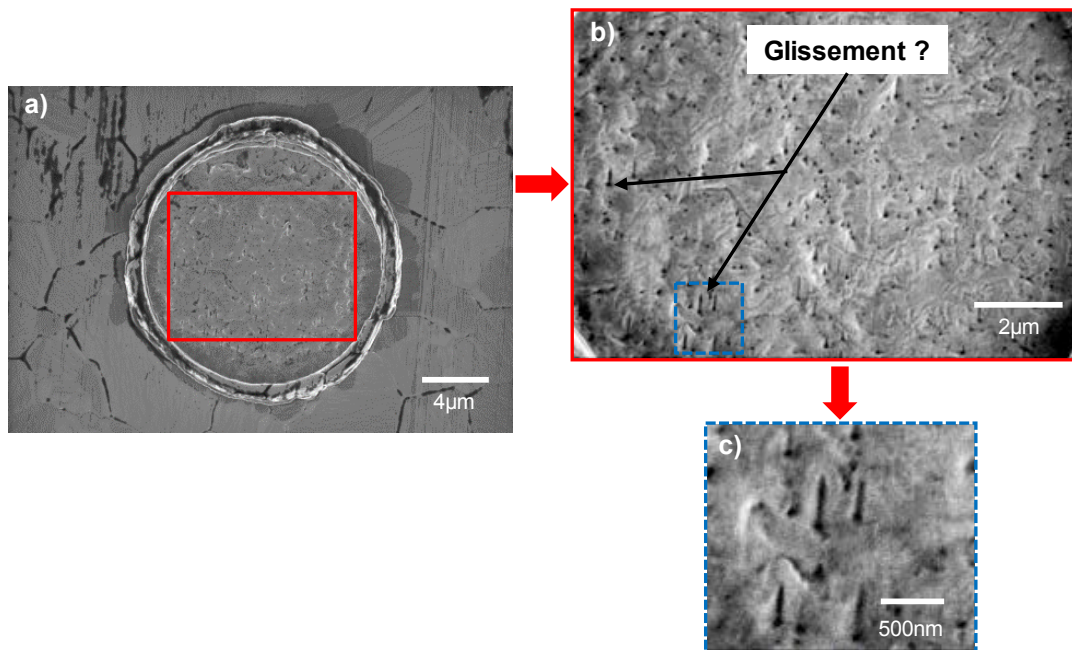
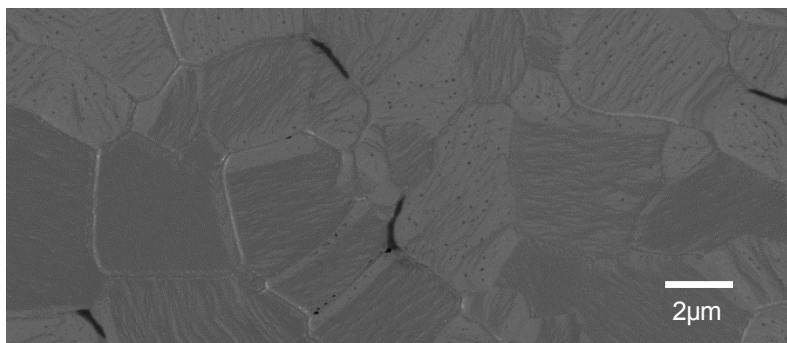


Figure V-39 – Observations au MEB (électrons rétrodiffusés) de l'empreinte résiduelle : a) obtenue dans l'Al(Cu), après essai de microinsertion avec mesure électrique, et b) et c) à plus forts grossissements du centre de cette empreinte.



**Figure V-40 – Observation au MEB (électrons rétrodiffusés) du film d'Al(Cu) au voisinage de l'empreinte résiduelle présentée Figure V-31.**

Après avoir présenté en détail les résultats expérimentaux obtenus lors des différents essais de microinsertion et après les avoir analysés, un scénario de formation du contact a pu être élaboré. Afin de compléter ce scénario (localisation du contact métallique Ni-Al(Cu), détermination de la pression critique...), une étude numérique est réalisée dans la prochaine partie de ce chapitre.

### V.3. Modélisation numérique de l'essai de microinsertion

Plusieurs auteurs ont cherché à simuler numériquement l'essai d'indentation d'un poinçon plat, dans le cas d'un matériau massif, tels que [\[LEE 1970\]](#), [\[JORDAN 1999\]](#), [\[JAGER 2001\]](#), [\[RICCARDI 2004\]](#) et [\[JIANG 2009\]](#) ou dans le cas d'un film mince avec par exemple les travaux de [\[XU 2007\]](#) et [\[TERRELL 2009\]](#). Dans le cas de l'essai de microinsertion, la modélisation numérique est divisée en plusieurs étapes, afin de faciliter d'une part sa mise en œuvre et d'autre part son analyse (cf. Figure V-41). Une première simulation est effectuée à l'échelle du microinsert, puis une seconde à l'échelle d'une rugosité de Nickel.

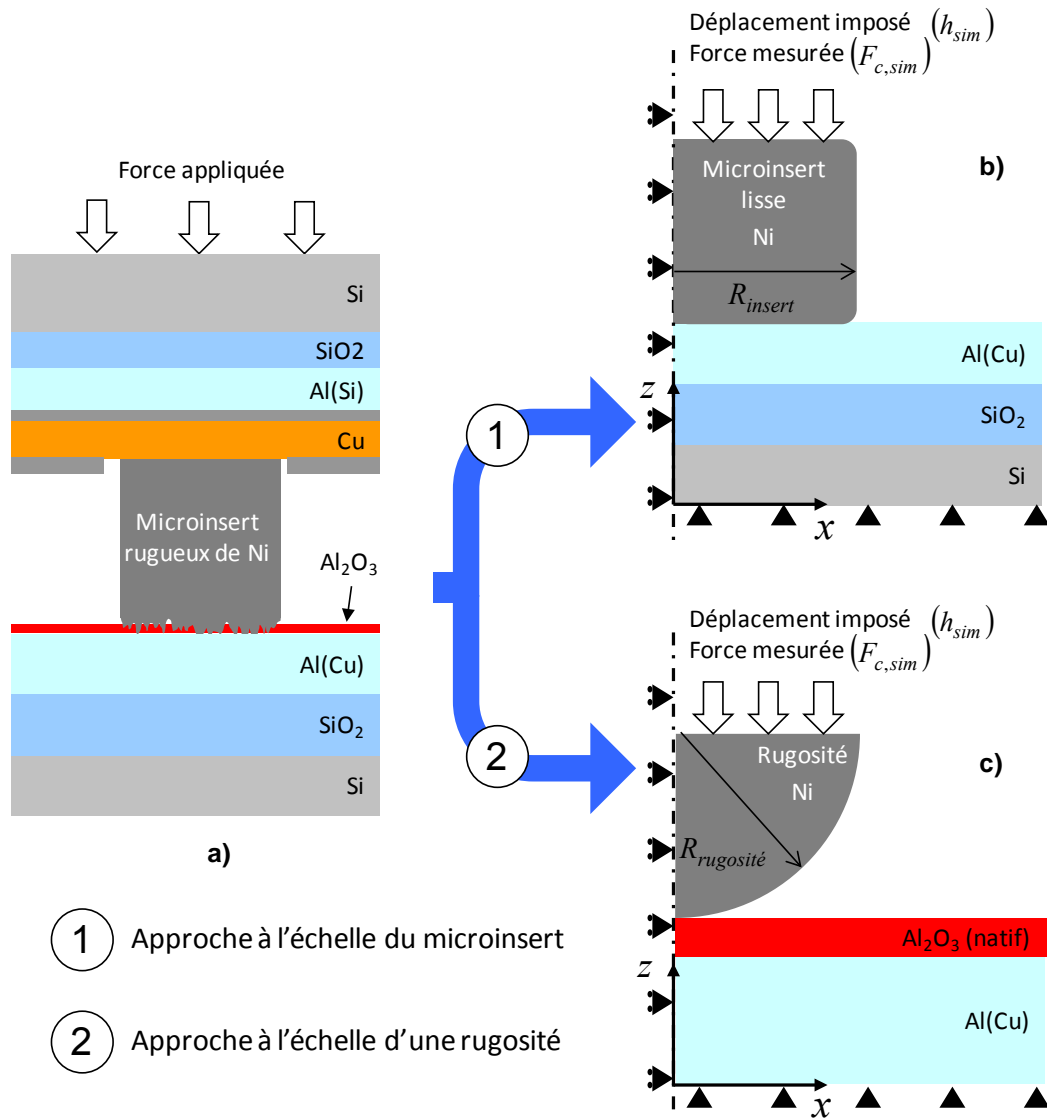
L'ensemble des simulations par la méthode des éléments finis est réalisé à partir du logiciel commercial ABAQUS, avec l'interface ABAQUS/CAE et le solveur Standard & Explicit, et les propriétés mécaniques des matériaux utilisés sont issues des essais d'indentation Berkovich décrits dans le chapitre IV (cf. Tableau IV-5 et Tableau IV-6 pour les propriétés de l'empilement, Tableau IV-9 pour le microinsert de Nickel et Tableau IV-12 pour l'Alumine native). Le substrat de Silicium, la couche d'oxyde thermique et le microinsert de Nickel sont supposés être isotropes et se déformant uniquement dans le régime élastique. Le film d'Al(Cu) (Echantillon B de moyenne taille de grain) est également supposé isotrope étant donné un coefficient d'anisotropie élastique faible (cf. § II.1.1.3) et son écrouissage est décrit selon une loi de type Hollomon (cf. § IV.1.3). Ce jeu de simulations doit permettre de compléter les différents scénarios proposés précédemment pour la formation mécanique et électrique du contact lors d'un essai de microinsertion entre le microinsert de Nickel et le film mince d'Al(Cu).

#### V.3.1 Approche à l'échelle du plot de Nickel

De la même manière que pour l'essai d'indentation, le calcul numérique est réalisé en mode axisymétrique. L'empilement de couches minces sous le microinsert n'est pas pris en compte dans un souci de simplification. Le microinsert de Nickel et l'empilement de couches minces sont modélisés par des solides déformables. Le rayon du microinsert peut prendre les valeurs de 3, 6 et 9 µm et le bord en contact avec l'Al(Cu) est modélisé par un arc de cercle de rayon 100nm fixé arbitrairement pour chaque microinsert. L'empilement avec le film d'Al(Cu) est ensuite modélisé en respectant les épaisseurs de chaque film mince, mais en négligeant la présence de l'oxyde natif. L'épaisseur du

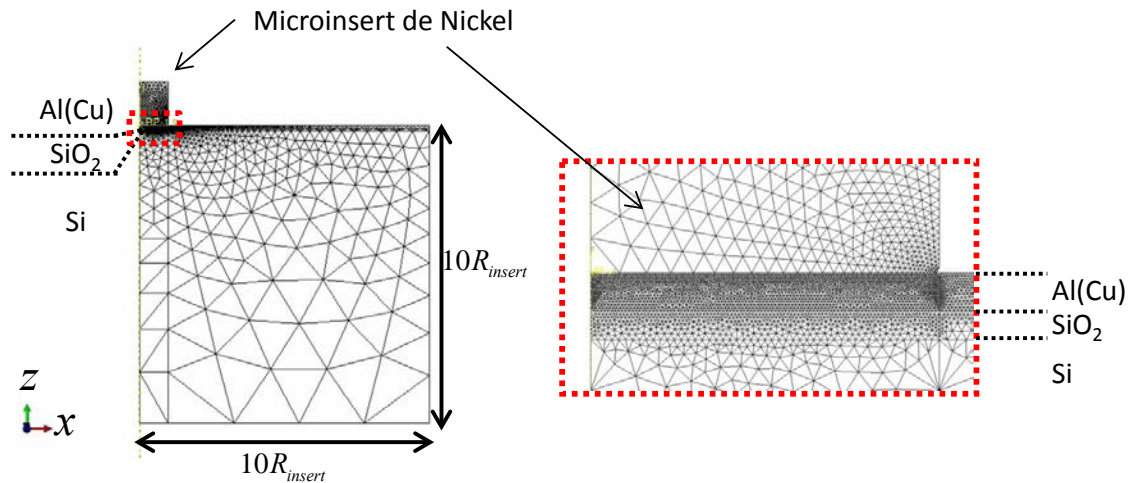


substrat de Silicium et la largeur de l'empilement sous l'Al(Cu) sont fixées à dix fois le rayon du microinsert, afin d'éviter les effets de bords.



**Figure V-41 – Les différentes approches pour la modélisation numérique de l'essai de microinsertion : a) dans le cas réel avec un microinsert de Nickel rugueux, b) avec un microinsert de Nickel lisse et c) à l'échelle d'une seule rugosité de Nickel.**

Concernant les conditions limites sur le champ de déplacement, l'empilement est bloqué selon la direction radiale  $x$  au niveau de l'axe de rotation du microinsert et selon les directions radiale  $x$  et verticale  $z$  au niveau du substrat de Silicium. Un déplacement vertical est imposé à la surface supérieure du microinsert, afin de simuler une compression. Le contact entre le microinsert et le film d'Al(Cu) est défini à partir d'une relation de pression de contact-interférence de type « dure ». La surface du microinsert joue le rôle de la surface maître et celle du film d'Al(Cu) le rôle de la surface esclave. De plus, le contact est considéré comme étant sans friction (cf. § II.2.4). L'interface entre le film d'Al(Cu) et l'oxyde thermique est considérée comme parfaite (pas de délamination autorisée). Le maillage utilisé pour réaliser cette simulation numérique est donné Figure V-42. Les éléments sont des triangles de type CAX6M composés de 6 nœuds avec une interpolation quadratique. Les éléments proches du contact, dans le film d'Al(Cu), ont une dimension moyenne (coté du triangle) de 40nm.



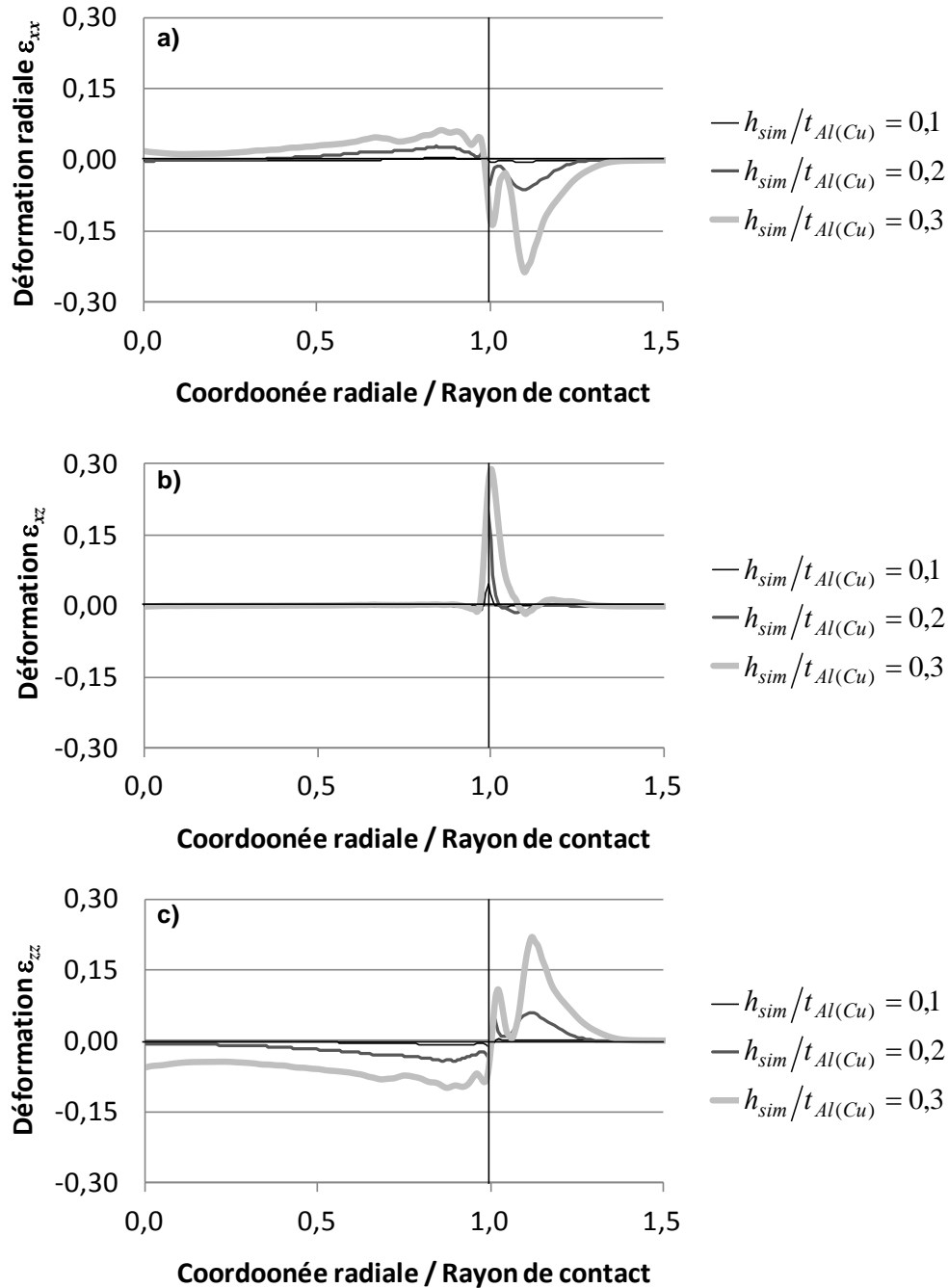
**Figure V-42 – Maillage utilisé pour la modélisation numérique de l'essai de microinsertion à l'échelle du microinsert.**

L'objectif de ces simulations est de déterminer comment se déforme le film d'Al(Cu) sous le microinsert durant l'étape de chargement. Les grandeurs extraites du fichier résultat sont les déformations totales (somme des déformations élastiques et plastiques) à la surface du film d'Al(Cu), en fonction du déplacement  $h_{sim}$ , de la force de réaction  $F_{c,sim}$  sur la surface du film d'Al(Cu) et des coordonnées radiales le long de l'axe  $x$ .

Il est important de souligner avant d'analyser les résultats, que la contrainte maximale équivalente selon le critère de von Mises atteint une valeur de 0,9GPa dans le microinsert de Nickel, pour un enfoncement de 30% de l'épaisseur du film d'Al(Cu). Or, la dureté moyenne du Nickel ECD est de 3GPa (cf. § IV.2.3) et en estimant la limite élastique du Nickel à la valeur de 1GPa selon la relation de Tabor, il est possible de supposer que le microinsert reste en déformation élastique pure. Cet enfoncement maximal de 30% de l'épaisseur du film d'Al(Cu) atteint lors de la simulation, correspond à une pression moyenne appliquée de 0,2GPa sur le microinsert. Notons qu'il n'a pas été possible de pousser les simulations numériques plus loin (*i.e.* pour des pressions plus importantes), étant donné qu'elles ne convergeaient plus, même avec des étapes de remaillage.

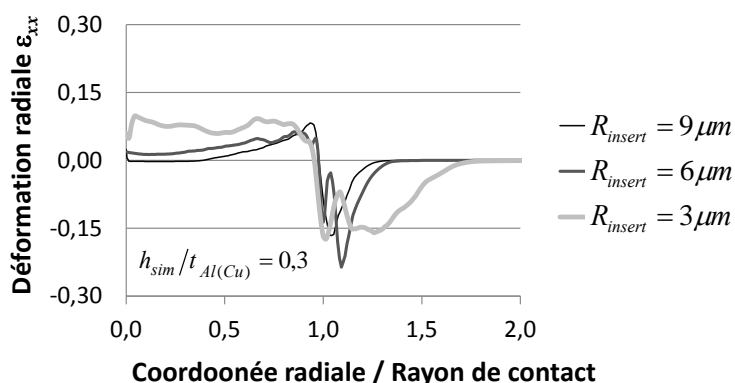
Les déformations  $\varepsilon_{xx}$  et  $\varepsilon_{zz}$  dues aux contraintes normales selon les axes respectifs  $x$  et  $z$ , puis les déformations  $\varepsilon_{xz}$  dues aux contraintes de cisaillement sont alors tracées Figure V-43, pour des enfoncements respectifs de 10, 20 et 30% de l'épaisseur du film d'Al(Cu), avec le microinsert de rayon 6 $\mu$ m. Une déformation positive correspond à une elongation et une déformation négative à une contraction. Les premières observations analogues aux trois niveaux d'enfoncement, à la vue de ces différents graphiques sont :

- la présence d'une zone en elongation sous le microinsert selon l'axe  $x$  ;
- la présence d'une zone en contraction au-delà du contact selon l'axe  $x$  (= bourrelet) ;
- l'absence de cisaillement sous le microinsert ;
- la présence d'une zone de cisaillement maximum au niveau du bord du microinsert ;
- la présence d'une zone en contraction sous le microinsert selon l'axe  $z$  ;
- et la présence d'une zone en elongation au-delà du contact selon l'axe  $z$  (= bourrelet).



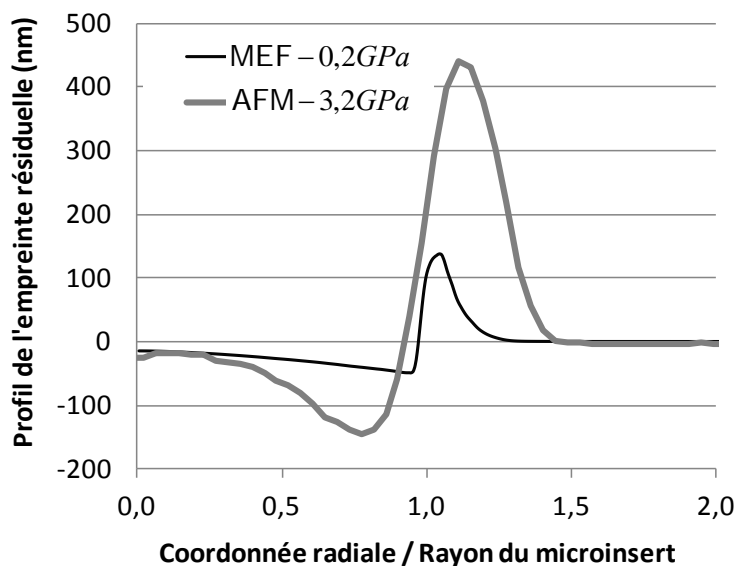
**Figure V-43 – Evolution de la déformation totale a) radiale selon l'axe  $x$  ( $\varepsilon_{xx}$ ), b) de cisaillement ( $\varepsilon_{xz}$ ) et c) selon l'axe  $z$  ( $\varepsilon_{zz}$ ) en fonction de la coordonnée radiale pour différents rapports d'enfoncement ( $h_{sim}$ ) sur épaisseur de film d'Al(Cu) ( $t_{Al(Cu)}$ ), à la surface du film d'Al(Cu) et pour un microinsert de rayon  $6\mu m$ .**

Les déformations  $\varepsilon_{xx}$  dues aux contraintes normales selon l'axe  $x$  sont également tracées Figure V-44, pour un enfoncement de 30% de l'épaisseur du film d'Al(Cu), pour les trois microinserts de rayons respectifs 3, 6 et  $9\mu m$ . A la vue de ces courbes, il semble que le comportement du film d'Al(Cu) reste le même quel que soit le rayon du microinsert, mais avec des niveaux de déformation différents. Les résultats de ces simulations doivent permettre ultérieurement de déterminer en fonction du rayon du microinsert, à quel enfoncement ou à quelle pression appliquée l'Alumine native se fissure.

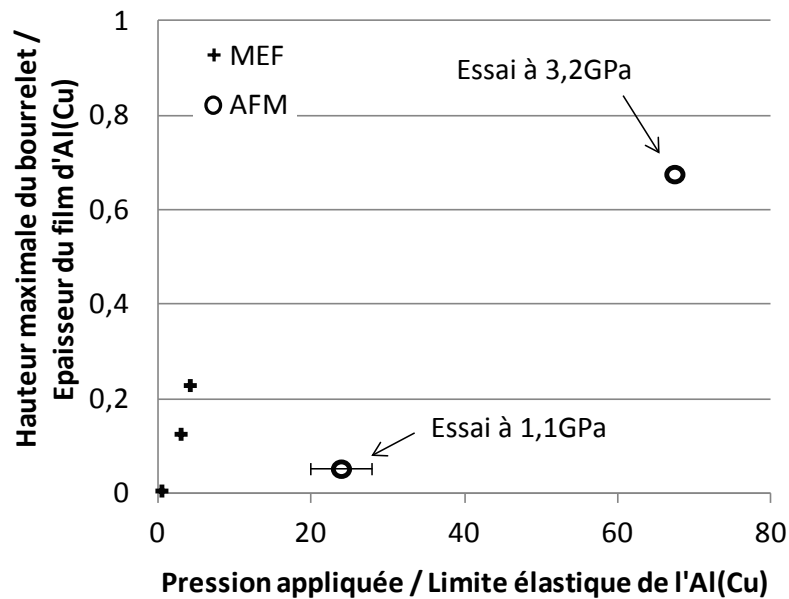


**Figure V-44 – Evolution de la déformation totale radiale selon l'axe  $x$  ( $\varepsilon_{xx}$ ) à la surface du film d'Al(Cu), en fonction de la coordonnée radiale, pour des microinserts de différents rayons ( $R_{insert}$ ), à un rapport d'enfoncement ( $h_{sim}$ ) sur épaisseur de film d'Al(Cu) ( $t_{Al(Cu)}$ ) de 0,3.**

Finalement, il est possible de tracer le profil résiduel de la topographie de la surface du film d'Al(Cu) en fonction de la coordonnée radiale à l'enfoncement maximal et de voir ainsi la formation du bourrelet périphérique d'Al(Cu) (cf. Figure V-45). Ce profil est comparé à celui mesuré à l'AFM après l'essai de microinsertion couplé à la mesure électrique (absence de palier de fluage), obtenu à une pression maximale de 3,2GPa. Un profil identique, caractéristique de ce type de contact, est obtenu avec les simulations numériques. Les hauteurs respectives des bourrelets d'Al(Cu) mesurés en fonction de la pression appliquée sont ensuite tracées Figure V-46. Un décalage entre les résultats numériques et expérimentaux est alors mis en évidence. Cette différence peut s'expliquer du fait que dans les simulations, la surface de contact est considérée comme parfaitement lisse et plane (absence de convexité) et l'empilement sous le microinsert n'a pas été modélisé.



**Figure V-45 – Comparaison des profils résiduels de topographie de surface de l'empreinte dans l'Al(Cu), obtenus numériquement (MEF) et expérimentalement à l'AFM.**

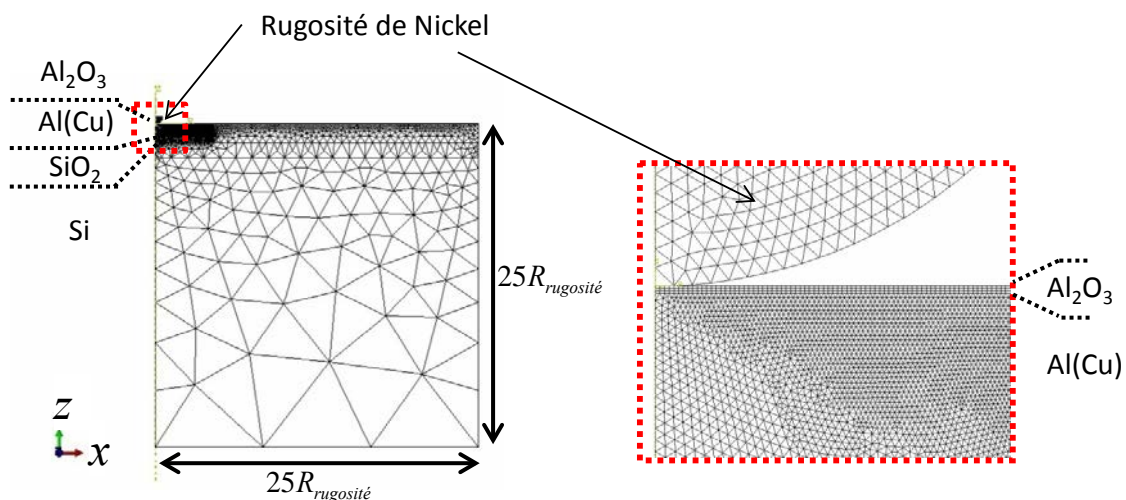


**Figure V-46 – Evolution de la hauteur du bourrelet périphérique d'Al(Cu) en fonction de la pression appliquée dans le cas des simulations numériques (MEF) et dans le cas expérimental (AFM).**

### V.3.2 Approche à l'échelle d'une rugosité de Nickel

La modélisation numérique d'un contact rugueux nécessite le plus souvent d'importer directement la topographie réelle de surface [PENNEC 2009] [BUCZKOWSKI 2009] et [ARRAZAT 2012] (cf. § II.2.5). Afin de simplifier le problème, l'étude se résume ici à modéliser une unique rugosité de Nickel et à déterminer la pression minimale requise pour fissurer l'Alumine native.

La rugosité de Nickel est supposée hémisphérique et le calcul numérique est réalisé en mode axisymétrique. La rugosité et l'empilement de couches minces sont modélisés par des solides déformables. La rugosité de Nickel a un rayon moyen mesuré de 260nm (cf. § IV.2.2), mais d'autres rayons de 65 et 455nm sont également testés (valeurs extrêmes rencontrées). L'empilement avec le film d'Al(Cu) est modélisé en incluant l'Alumine native, en respectant les épaisseurs de chaque film mince. L'épaisseur du substrat de Silicium et la largeur de l'empilement sont fixées à vingt-cinq fois le rayon de contact plastique maximal évalué géométriquement (cf. Equation IV-5), afin d'éviter les effets de bords, soit environ une longueur de 11,5 $\mu$ m (pour une rugosité de rayon 455nm).



**Figure V-47 – Maillage utilisé pour la modélisation de l'essai de compression d'une rugosité de Nickel dans le film d'Al(Cu), lors d'un essai de microinsertion.**

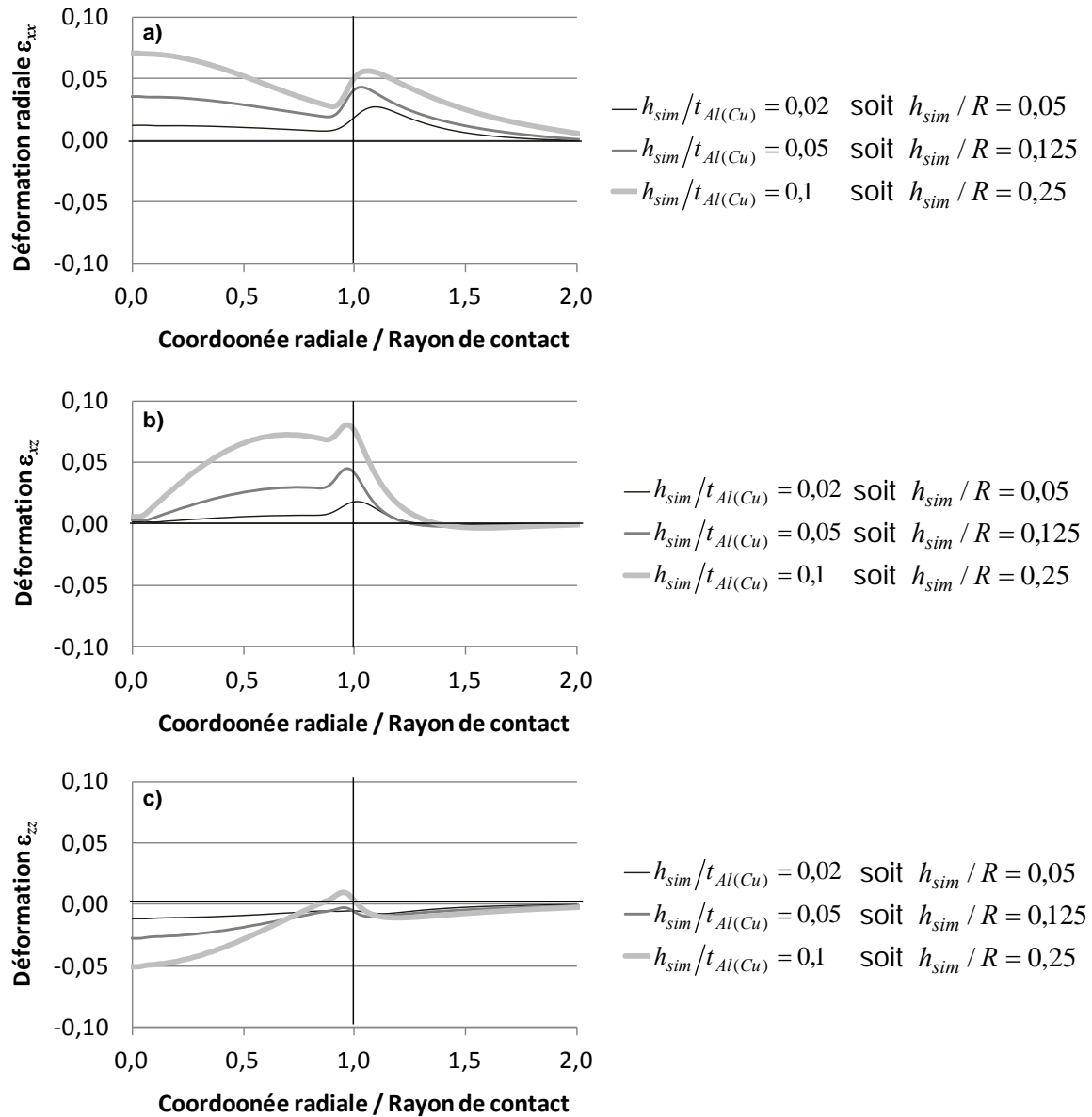
Concernant les conditions limites sur le champ de déplacement, l'empilement est bloqué selon la direction radiale  $x$  au niveau de l'axe de rotation de la rugosité et selon les directions radiale  $x$  et verticale  $z$  au niveau du substrat de Silicium. Un déplacement vertical est imposé à la surface supérieure de la rugosité de Nickel, afin de simuler une compression. Le contact entre la rugosité de Nickel et l'Alumine native est défini à partir d'une relation de pression de contact-interférence de type « dure ». La surface de la rugosité joue le rôle de la surface maître et celle de l'Alumine native le rôle de la surface esclave. De plus, le contact est considéré comme étant sans friction (cf. § II.2.4). L'interface entre l'Alumine native et le film d'Al(Cu) est supposée parfaite (pas de délamination autorisée). Le maillage utilisé pour réaliser cette simulation numérique est donné Figure V-47. Les éléments sont des triangles de type CAX6M composés de 6 nœuds avec une interpolation quadratique, sauf dans l'épaisseur de la couche d'Alumine, où les éléments sont des rectangles de type CAX8R avec également une interpolation quadratique. Les éléments dans la couche d'Alumine native font en moyenne  $1,5 \times 2,5 \text{ nm}$ .

L'objectif de ces simulations est de comprendre comment se déforme l'empilement de films minces sous une rugosité de Nickel. Les grandeurs extraites du fichier résultat sont donc les déformations élastiques à la surface de l'Alumine native en fonction du déplacement  $h_{sim}$ , de la force de réaction  $F_{c,sim}$  sur la surface de l'Alumine native et des coordonnées radiales le long de l'axe  $x$ .

Les déformations élastiques  $\varepsilon_{xx}$  et  $\varepsilon_{zz}$  dues aux contraintes normales selon les axes respectifs  $x$  et  $z$ , puis les déformations élastiques  $\varepsilon_{xz}$  dues aux contraintes de cisaillement sont alors tracées Figure V-48, avec une rugosité de Nickel de rayon 260nm et pour des enfoncements respectifs de 2, 5 et 10% de l'épaisseur du film d'Al(Cu). Les premières observations analogues aux trois niveaux d'enfoncement, à la vue de ces différents graphiques sont :

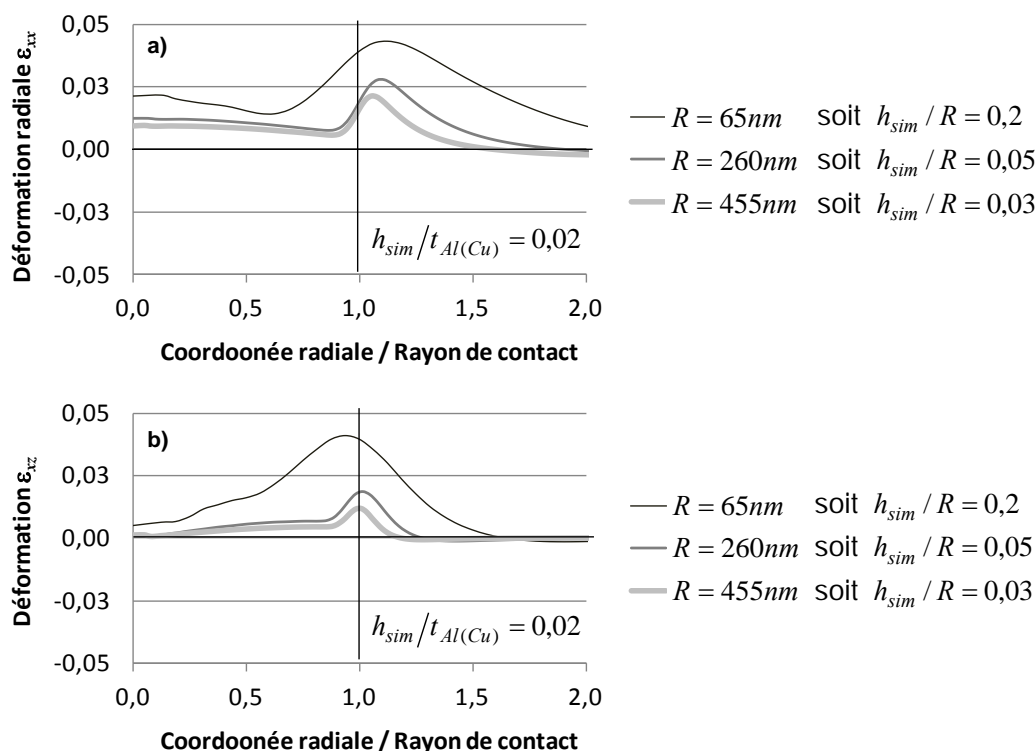
- la présence d'une zone en elongation sous la rugosité selon l'axe  $x$  ;
- la présence d'un maximum d'elongation au niveau du rayon de contact selon l'axe  $x$  ;
- la présence d'une zone de cisaillement sous la rugosité ;
- la présence d'un maximum de cisaillement au niveau du rayon de contact ;
- la présence d'une zone en contraction sous la rugosité selon l'axe.

Notons que la contrainte maximale équivalente selon le critère de von Mises dans la rugosité de Nickel, dépasse la valeur de 1GPa à partir d'un enfoncement d'environ 3% de l'épaisseur du film d'Al(Cu), pour les trois rapports  $R/t_{Al_2O_3}$ . Pour des enfoncements plus importants, la rugosité reste en déformation élastique dans les simulations (pas de loi d'écrouissage pour le Nickel), mais en réalité la rugosité peut se déformer plastiquement.



**Figure V-48 – Evolution de la déformation élastique a) radiale selon l'axe  $x$  ( $\epsilon_{xx}$ ), b) de cisaillement ( $\epsilon_{xz}$ ) et c) selon l'axe  $z$  ( $\epsilon_{zz}$ ) en fonction de la coordonnée radiale pour différents rapports d'enfoncements ( $h_{sim}$ ) sur épaisseur de film d'Al(Cu) ( $t_{Al(Cu)}$ ), à la surface du film d'Alumine native, avec une rugosité de Nickel de rayon 260nm.**

D'après Weppelmann et Swain [WEPPPELMANN 1996], la contribution du mode I de fissuration est prédominante dans les premières étapes de la propagation de fissures, lors d'essais d'indentation sphérique d'un film fragile sur substrat élastoplastique, pour des rapports  $R/t_{Al_2O_3}$  supérieurs à 2 ( $R$  étant le rayon de l'indenteur sphérique et  $t_{Al_2O_3}$  l'épaisseur du film fragile). Aussi, il est possible de supposer que la fissuration de l'Alumine est contrôlée par le mode I, dans le cas de rugosités de Nickel de rayons supérieurs à 8nm. Dans cette étude, les rugosités ont des rayons de 65, 260 et 455nm, soit des rapports  $R/t_{Al_2O_3}$  respectifs d'environ 16, 65 et 114. Afin de vérifier cette hypothèse, les déformations  $\epsilon_{xx}$  dues aux contraintes normales selon l'axe  $x$  et les déformations élastiques  $\epsilon_{xz}$  dues aux contraintes de cisaillement sont tracées Figure V-49, pour les trois rugosités pour un rapport enfoncement sur l'épaisseur du film d'Al(Cu) de 2%.



**Figure V-49 – Evolution de la déformation élastique a) radiale selon l'axe  $x$  ( $\epsilon_{xx}$ ) et b) de cisaillement ( $\epsilon_{xz}$ ), en fonction de la coordonnée radiale pour un rapport d'enfoncement ( $h_{sim}$ ) sur épaisseur de film d'Al(Cu) ( $t_{Al(Cu)}$ ) de 2%, à la surface du film d'Alumine native, pour des rugosités de Nickel de rayon 65, 260 et 455nm.**

D'après la Figure V-49, la traction radiale maximale proche du bord du contact est deux fois plus importante que le cisaillement maximal pour les rugosités de rayons 260 et 455nm, et du même ordre de grandeur pour la rugosité de rayon 65nm. L'hypothèse d'une fissuration de l'Alumine native contrôlée par le mode I est donc vraisemblable pour un tel rapport d'enfoncement sur épaisseur de film d'Al(Cu). Ce résultat concorde également avec les simulations numériques d'essais d'indentation sphérique d'un film rigide déposé sur un substrat élastoplastique d'Aluminium réalisées par [\[SOUZA 1999\]](#), [\[SOUZA 2001\\_1\]](#) et [\[SOUZA 2001\\_2\]](#). Enfin, les rapports  $R/t_{Al_2O_3}$  pour ces trois simulations à l'échelle de la rugosité de Nickel sont bien inférieurs aux valeurs de 500 et 1250, pour lesquelles des mécanismes de « mud-cracking » ont été observés en indentation sphérique sur le même type d'empilement (cf. § IV.3.4 et [Annexe – H](#)).

### V.3.3 Scénario de formation du contact électrique

Le but de cette partie est de déterminer à partir des différentes simulations numériques, la pression à appliquer pour fissurer l'Alumine native, puis de localiser et de suivre l'évolution de la formation du contact électrique (contact métallique Ni-Al(Cu)), afin de compléter le scénario de formation du contact électrique lors de l'essai de microinsertion.

#### V.3.3.1. Contact électrique à l'échelle du microinsert

La zone d'intérêt principale pour l'analyse du contact électrique à l'échelle du microinsert se situe sous le microinsert. Ainsi, la formation d'un contact électrique en dehors de l'aire de contact mécanique (contact entre les bourrelets périphériques) n'est pas étudiée. D'après les résultats des simulations numériques de l'essai de microinsertion à l'échelle du microinsert, la zone de traction



radiale à la surface de l'Al(Cu), sous le microinsert et selon l'axe  $x$ , est prépondérante durant le chargement (cf. Figure V-43). En prenant l'hypothèse que le film d'Al(Cu) impose sa déformation à l'Alumine native, il est possible de supposer que l'Alumine native se fissure sous l'action d'une contrainte de traction, autrement dit selon le mode I. La contrainte normale radiale  $\sigma_{xx}(Al_2O_3)$  dans l'Alumine native est alors calculée selon l'équation V-8, à partir de la déformation  $\varepsilon_{xx}(Al)$  à la surface du film d'Al(Cu) et du module d'Young de l'Alumine native  $E_{Al_2O_3}$  (IV-12). Puis, en la comparant aux valeurs de contraintes normales radiales à la rupture  $\sigma_{xx,rupt}(Al_2O_3)$  de l'Alumine native (cf. Tableau V-3, soit une borne inférieure de 0,054GPa) et de l'Alumine ALD (cf. Tableau IV-18, soit une borne supérieure de 1,5GPa), il est possible de localiser sous le microinsert, où l'Alumine native se fissure selon l'axe  $x$  et à quelle pression  $P$  (cf. Equation V-9). Ainsi, le critère de fissuration de l'Alumine native se résume au fait d'avoir ou non, un rapport de la contrainte normale radiale dans l'Alumine native sur la contrainte normale radiale à la rupture de l'Alumine supérieur ou égal à 1.

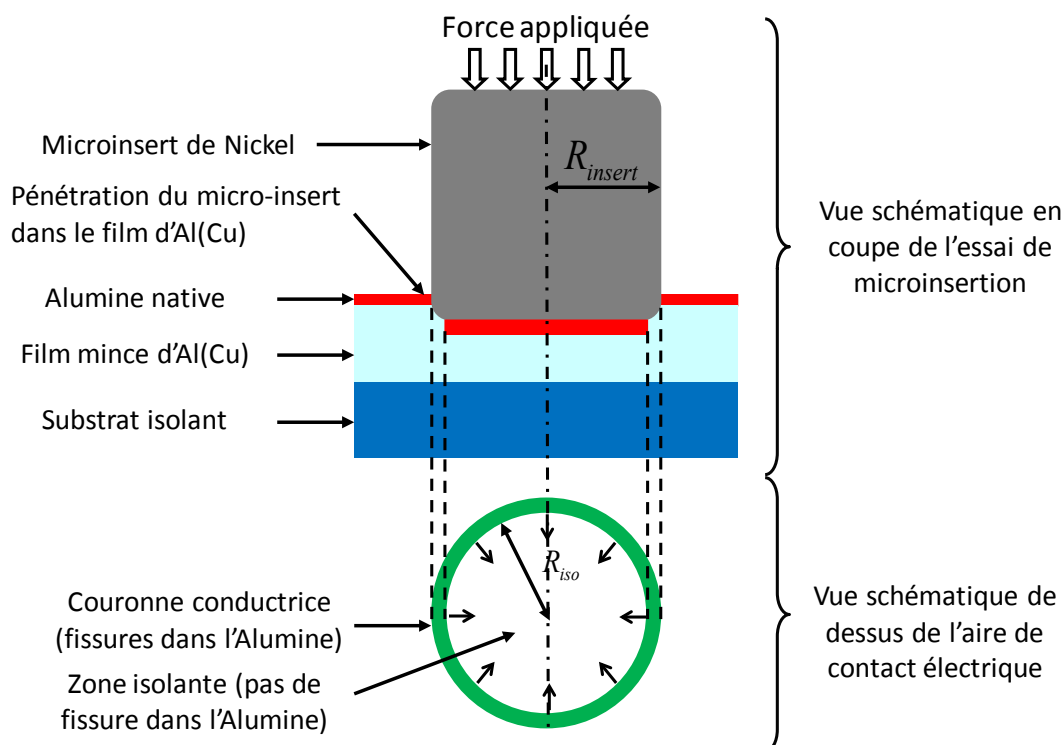
$$\sigma_{xx}(Al_2O_3) = E_{Al_2O_3} \cdot \varepsilon_{xx}(Al(Cu)) \quad V-8$$

$$\frac{\sigma_{xx}(Al_2O_3)}{\sigma_{xx,rupt}(Al_2O_3)} = f(x, P) \geq 1 \Rightarrow \text{Fracture} \quad V-9$$

De plus, d'après la Figure V-43-a, la contrainte radiale évolue de manière décroissante du bord du contact vers le centre du contact. Il est donc possible de proposer un scénario de fissuration de l'Alumine native sous le microinsert, tel que le contact électrique se forme dans un premier temps au bord du contact, puis évolue vers le centre sous le microinsert au fur et à mesure que la pression d'appui augmente (cf. Figure V-50). Le disque sous le microinsert, où la contrainte normale radiale à la rupture de l'Alumine n'est pas atteinte, est dit isolant et est caractérisé par son rayon  $R_{iso}$ . Ainsi le rayon de ce disque est défini selon l'équation V-10 et son évolution en fonction de la pression appliquée est donnée Figure V-51 (en fonction de la contrainte normale radiale à la rupture de l'Alumine) et Figure V-52 (en fonction du module d'Young de l'Alumine native) pour le microinsert de diamètre 12 $\mu$ m, et Figure V-53 pour les trois microinserts.

$$f(R_{iso}, P) = 1 \quad V-10$$

A la vue des Figure V-51 et Figure V-52, il semble que le critère de fissuration soit validé sur la totalité de l'aire de contact sous le microinsert de diamètre 12 $\mu$ m, pour une gamme de pressions appliquées allant de 180 à 230MPa, soit 4 à 5 fois la limite d'élasticité du film d'Al(Cu) (correspondant à des enfoncements de l'ordre de 10 à 20% de l'épaisseur du film d'Al(Cu)). Ce scénario n'est toutefois valable que pour les trois premières étapes du scénario de formation du contact pour l'essai de microinsertion données Figure V-35 et Tableau V-9, lorsque le microinsert est uniquement dans un régime de déformation élastique pour une interface de contact parfaitement lisse. Rappelons qu'en déformation élastoplastique, le diamètre du microinsert augmente et par conséquent la surface de contact également.



**Figure V-50 – Schématisation de la formation du contact électrique à l'échelle du plot de Nickel en déformation élastique.**

Les résultats de la Figure V-53 mettent en évidence l'influence du rayon du microinsert sur l'évolution du rayon du disque isolant en fonction de la pression appliquée, et dans les valeurs de pressions, pour lesquelles la fissuration dans l'Alumine native s'initialise et se termine. Ainsi, plus le rayon du microinsert est grand, plus la décroissance du rayon isolant sous le microinsert est faible et plus la pression requise pour initialiser la fissuration est élevée. Afin d'extraire des gammes de pressions moyennes de ces différents résultats, une schématisation multilinéaire de la décroissance du rayon du disque isolant sous le microinsert, en fonction de la pression appliquée est donc utilisée (cf. Figure V-54). Les différentes gammes de pressions ( $\frac{P_{init}}{\sigma_e}$  et  $\frac{P_{fin}}{\sigma_e}$ ) et les pentes

$\Delta\left(\frac{R_{iso}}{R_{insert}}\right) / \Delta\left(\frac{P}{\sigma_e}\right)$  caractéristiques de cette décroissance, fonction de la contrainte à la rupture de l'Alumine native et du rayon du microinsert, sont récapitulées dans le Tableau V-10. Enfin, les résultats numériques obtenus avec le microinsert de rayon  $6\mu\text{m}$  sont confrontés aux résultats expérimentaux Figure V-55. Il semble d'après ce graphique, que rapidement et dès le début de l'essai de microinsertion (durant les étapes 1 et 2), une pression suffisante soit atteinte pour s'affranchir de la présence d'un disque isolant sous le microinsert.

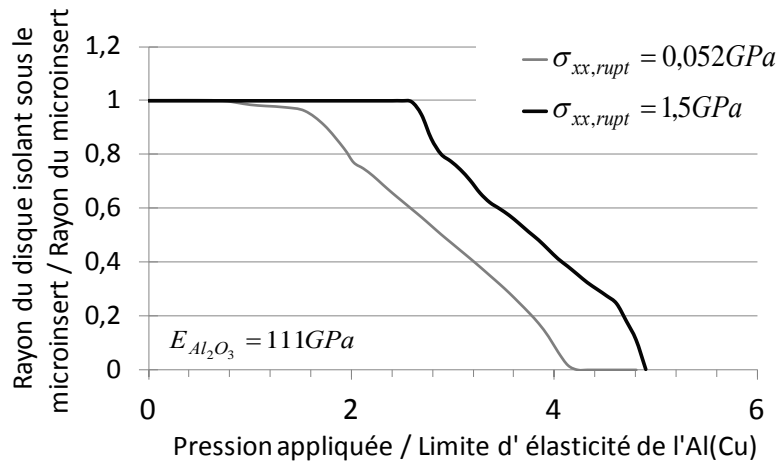


Figure V-51 – Evolution du rayon du disque isolant sous le microinsert de diamètre 12µm, en fonction de la pression appliquée pour différentes valeurs de contrainte à la rupture pour l'Alumine native et pour une limite d'élasticité de 46MPa pour l'Al(Cu).

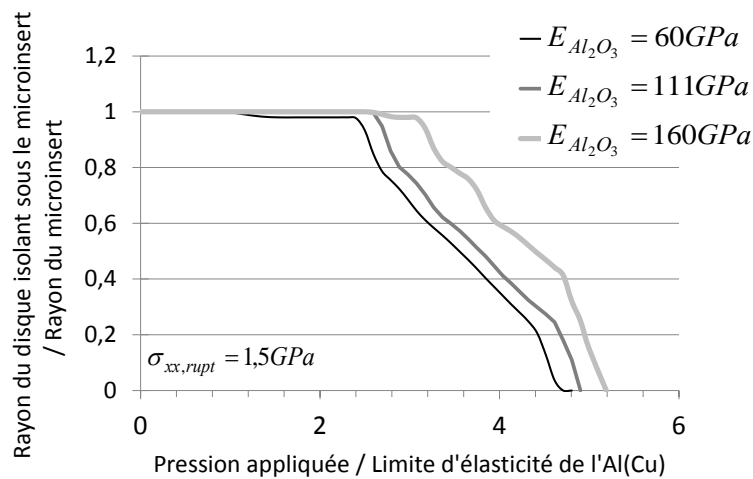


Figure V-52 – Evolution du rayon du disque isolant sous le microinsert de diamètre 12µm, en fonction de la pression appliquée pour différentes valeurs de module d'Young pour l'Alumine native et pour une limite d'élasticité de 46MPa pour l'Al(Cu).

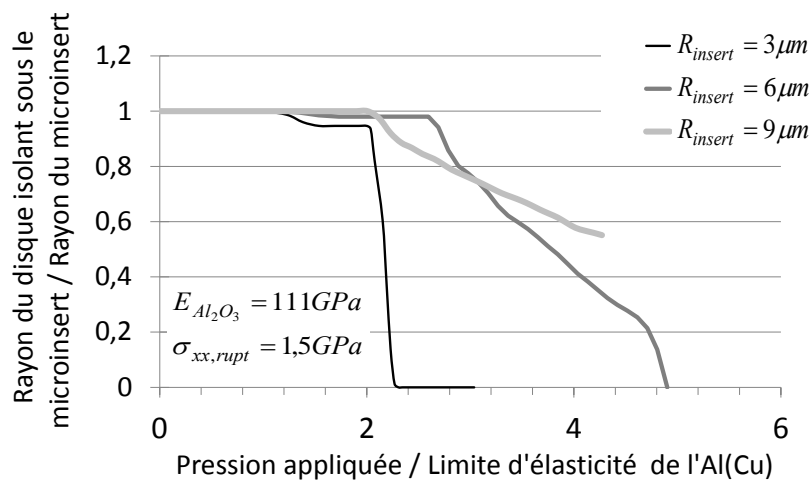


Figure V-53 – Evolution du rayon du disque isolant sous le microinsert en fonction de la pression appliquée, pour des microinserts de différents rayons.

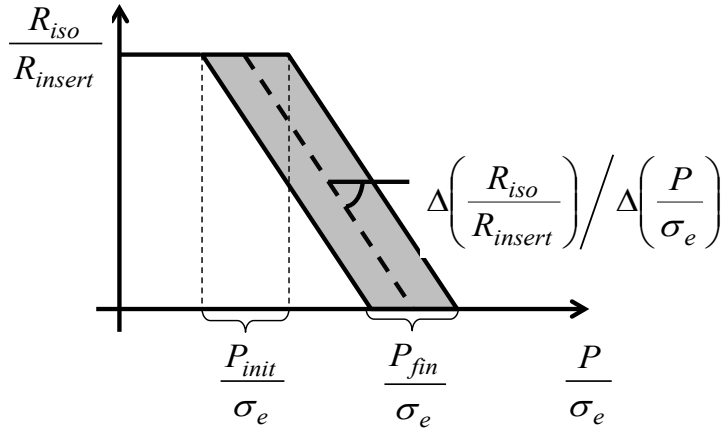


Figure V-54 – Schématisation de la décroissance du rayon du disque isolant sous le microinsert en fonction de la pression appliquée  $P$ .

$\sigma_{rupt} = 0,052 - 1,5 GPa$ et $E_{Al_2O_3} = 111 GPa$			
Rayon du microinsert	$\frac{P_{init}}{\sigma_e}$	$\frac{P_{fin}}{\sigma_e}$	$\Delta\left(\frac{R_{iso}}{R_{insert}}\right) / \Delta\left(\frac{P}{\sigma_e}\right)$
$R_{insert} = 3 \mu m$	0,8 à 1,6	2 à 2,6	-0,83 à -1
$R_{insert} = 6 \mu m$	1,6 à 2,6	4,2 à 5	-0,42 à -0,45
$R_{insert} = 9 \mu m$	1,8 à 2,8	6,8 à 8	-0,21 à -0,19

**Tableau V-10 – Tableau récapitulatif des gammes de pressions à l'origine de la formation du contact électrique à l'échelle du microinsert, en fonction du rayon du microinsert et de la contrainte à la rupture de l'Alumine native.**

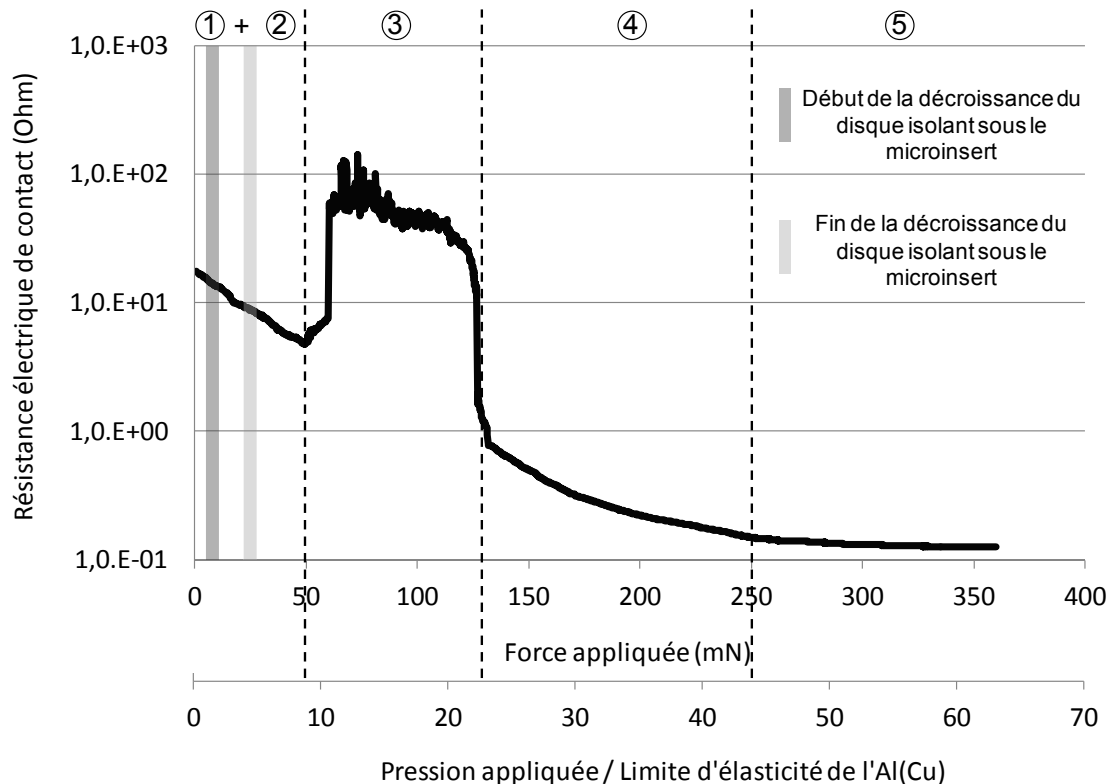
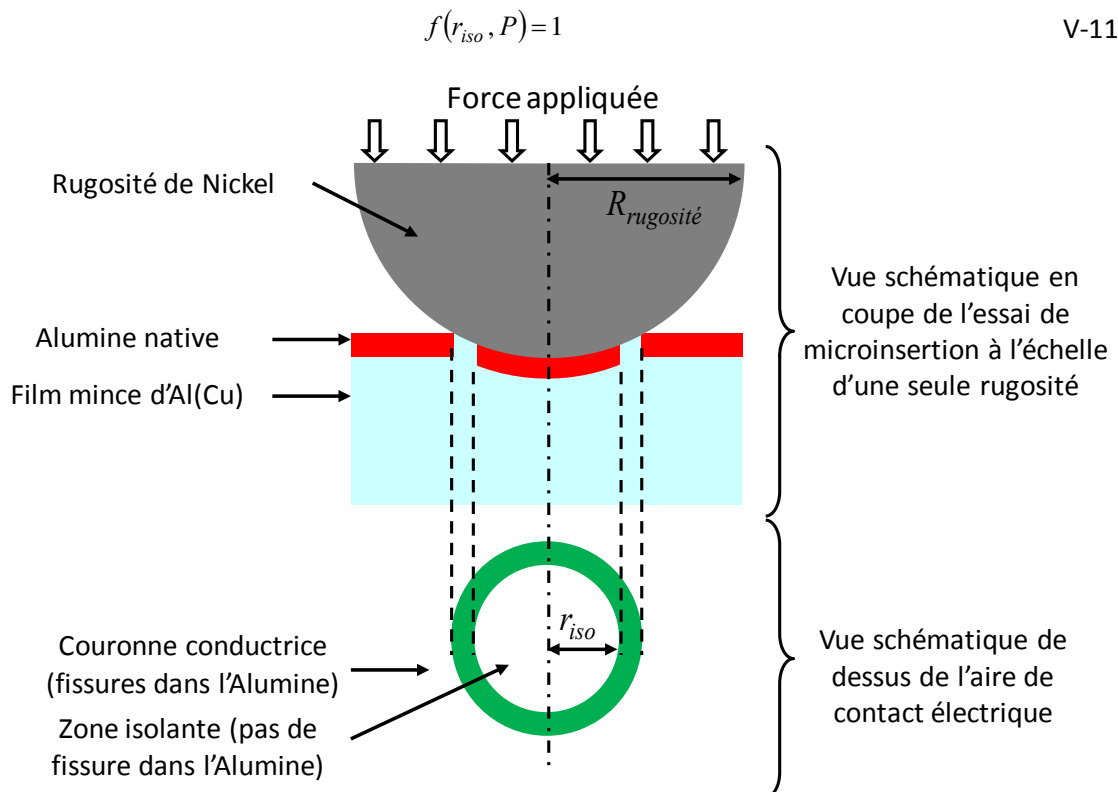


Figure V-55 – Evolution de la résistance électrique de contact ( $R_{EC}$ ) en fonction de la force appliquée, confrontée à l'évolution du disque isolant sous le microinsert.

### V.3.3.2. Contact électrique à l'échelle d'une rugosité de Nickel

A l'échelle d'une rugosité sphérique de Nickel, la zone d'intérêt principale pour l'analyse du contact électrique se situe au niveau du bord du contact, là où la déformation radiale (contrainte normale de traction) est la plus importante aux faibles enfoncements (cf. Figure V-48).

Une fissure orthoradiale peut se former dans l'Alumine native au bord du contact, si la contrainte normale de traction dépasse la contrainte normale à la rupture de l'Alumine, de la même manière que pour les fissures orthoradiales observées lors des essais d'indentation sphérique réalisés dans le chapitre IV. La formation du contact électrique à l'échelle d'une rugosité de Nickel est donc schématisée Figure V-56 selon ce scénario. Le contact électrique est décrit par une couronne conductrice (autrement dit la fissure orthoradiale), autour d'un disque isolant d'Alumine native de rayon  $r_{iso}$ , défini selon l'équation V-11. Les valeurs du rayon  $r_{iso}$  en fonction de la pression appliquée et du rayon de la rugosité (65, 260 et 450nm) sont données Tableau V-11 et Figure V-57.



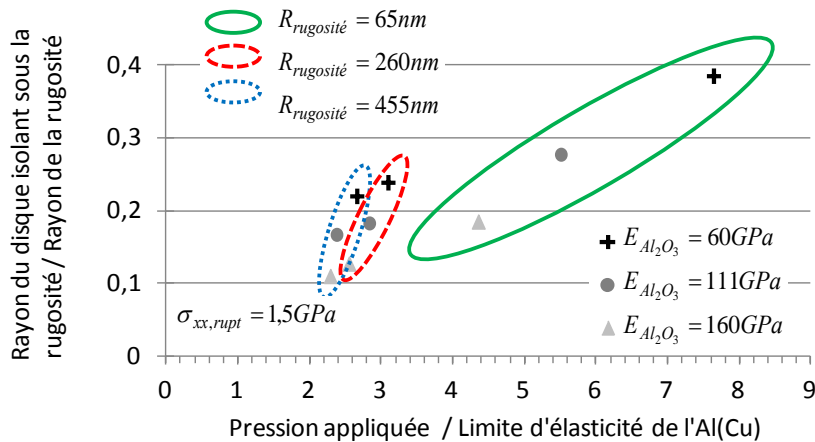
**Figure V-56 – Schématisation de la formation du contact électrique à l'échelle d'une unique rugosité de Nickel en déformation élastique.**

D'après les valeurs données dans le Tableau V-11, le rayon  $r_{iso}$  de la première fissure est du même ordre de grandeur que le rayon de contact pour les trois types de rugosités. Plus le rayon de la rugosité est grand, et plus la gamme de pressions nécessaires pour obtenir la première fissure est faible. La gamme de pressions requise pour obtenir la fissuration de l'Alumine native, sous une rugosité de Nickel, varie entre 90 et 370MPa, soit 2 à 8 fois la limite élastique du film d'Al(Cu), selon les valeurs de module d'Young et de contrainte normale à la rupture de l'Alumine native et la valeur du rayon de la rugosité de Nickel (cf. Figure V-57). Ces gammes de pressions correspondent à des enfoncements de la rugosité de l'ordre de 0,3 à 3% de l'épaisseur du film d'Al(Cu), pour une contrainte normale à la rupture de l'Alumine native de 1,5GPa et de l'ordre de 0,2 à 0,7% de l'épaisseur du film d'Al(Cu) pour une contrainte normale de traction à la rupture de l'Alumine native

de 54MPa. Il est important de souligner que cette gamme de pressions est du même ordre de grandeur que celle obtenue lors des simulations à l'échelle du microinsert, mais pour une unique rugosité. En réalité, plusieurs rugosités de Nickel sont en contact avec la surface du film d'Al(Cu), et des paramètres tels que la densité de la rugosité, ou la répartition et la hauteur des rugosités sont à prendre en compte pour pouvoir analyser plus précisément la formation du contact. Enfin, d'après la Figure V-48-a et d'après les travaux de Souza [SOUZA 2001 2], la formation du contact se poursuit avec l'apparition d'autres fissures orthoradiales de plus grands rayons se formant autour de la première, lorsque la pression appliquée augmente.

	$\sigma_{rupt} = 1,5GPa$						$\sigma_{rupt} = 0,054GPa$	
	$E_{Al_2O_3} = 60GPa$		$E_{Al_2O_3} = 111GPa$		$E_{Al_2O_3} = 160GPa$		$E_{Al_2O_3} = 111GPa$	
Rayon de la rugosité de Nickel	$P$	$r_{iso} / a_c$	$P$	$r_{iso} / a_c$	$P$	$r_{iso} / a_c$	$P$	$r_{iso} / a_c$
<b>65nm</b> ( $R/t_{Al_2O_3} = 16$ )	184MPa	1,25	243MPa	1,08	351MPa	1,05	186MPa	1,24
<b>260nm</b> ( $R/t_{Al_2O_3} = 65$ )	136MPa	1,18	132MPa	1,03	117MPa	1,01	103MPa	1,18
<b>455nm</b> ( $R/t_{Al_2O_3} = 114$ )	121MPa	1,05	109MPa	1,01	105MPa	1,00	94MPa	1,16

**Tableau V-11 – Tableau récapitulatif des valeurs de pression appliquée pour fissurer l'Alumine native pour une rugosité de Nickel de rayon donné, obtenues numériquement en fonction du module d'Young et de la contrainte normale à la rupture de l'Alumine native.**



**Figure V-57 – Taille du disque isolant sous une rugosité de Nickel (en déformation élastique), en fonction du rayon de la rugosité et du module d'Young de l'Alumine native, et pour une limite d'élasticité de 46MPa pour l'Al(Cu).**

### V.3.3.3. Bilan sur la formation du contact électrique

A partir des analyses précédentes des modélisations numériques, un scénario complet de la formation du contact électrique en fonction de la pression appliquée est proposé (cf. Figure V-59). Etant donné que les gammes de pressions requises pour la fissuration de l'Alumine native sont du même ordre de grandeur à l'échelle du microinsert et d'une unique rugosité de Nickel, il peut se produire une compétition entre les deux mécanismes de fissuration (fissuration au bord du microinsert et fissuration sous une rugosité). Ainsi, la géométrie macroscopique du microinsert (inclinaison, surface concave ou convexe....) et la topographie de surface (microinsert lisse ou

rugueux) sont des facteurs déterminants pour générer des fissures dans l'Alumine native et donc pour localiser le contact électrique (contact métallique Nickel-Al(Cu)).

En supposant que l'inclinaison du microinsert soit nulle (surfaces du microinsert et du film d'Al(Cu) parallèles) et en supposant que la surface du microinsert soit plane (absence de concavité ou de convexité- cf. Figure V-24), il est envisageable d'imaginer que les premiers points de contact mécaniques entre le microinsert et la surface du film d'Al(Cu) soient créés à l'aide des rugosités de Nickel. Pour une pression appliquée suffisante, les premières fissures peuvent alors se former sous ces rugosités, donnant naissance aux premiers points de contact électrique. Puis, avec l'augmentation de la pression appliquée sur le microinsert, des fissures concentriques peuvent se former du bord du microinsert vers le centre du microinsert, mais uniquement pour des pressions inférieures à 1,14GPa, lorsque le microinsert est en déformation purement élastique. Au-delà, le microinsert est en déformation élastoplastique et le rayon de contact augmente, pouvant créer d'autres fissures concentriques à la périphérie du contact mécanique.

### **Conclusion**

Ce dernier chapitre a eu pour objet l'analyse du contact électrique métal-isolant-métal en fonction de la force appliquée au travers de différents essais de compression.

Dans un premier temps, le contact entre deux films minces d'Aluminium en l'absence de singularité a été étudié. Des essais de compression en configuration de barreaux croisés ont permis d'établir les différentes étapes de la formation du contact électrique, en analysant finement l'évolution de la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée :

- aux faibles forces, le contact est capacitif (Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al), avec un effet tunnel prépondérant ;
- aux fortes forces, le contact obtenu par fissuration de l'oxyde natif est métallique (Al-Al).

Le rôle majeur joué par la rugosité du film métallique sur la formation du contact électrique a été mis en évidence expérimentalement dans cette partie (cf. Figure V-58). L'Alumine native a été caractérisée mécaniquement, avec une limite à la rupture en traction estimée à 52MPa.

Dans un second temps, le contact entre un plot de Nickel dur et rugueux avec un film mince d'Al(Cu) mou et lisse a été étudié expérimentalement d'un point de vue mécanique, puis électrique. Un jeu de modélisations analytiques et numériques de l'essai de microinsertion a alors permis d'interpréter ces résultats expérimentaux obtenus et a donné naissance à un scénario de la formation du contact avec la prise en compte de la singularité géométrique et de l'influence de la rugosité du plot de Nickel, schématisé Figure V-59.

Ces deux études ont également mis en évidence le rôle prépondérant de l'oxyde natif d'Aluminium sur la formation du contact métallique, au travers du rapport de l'aire de contact électrique sur l'aire de contact mécanique proche dans les deux cas de 0,1%.

Enfin, l'ensemble des résultats obtenus dans les chapitres IV et V permettent d'établir des pistes pouvant aider le technologue à l'amélioration du procédé de rapport de puces (cf. [Annexe – I](#)).

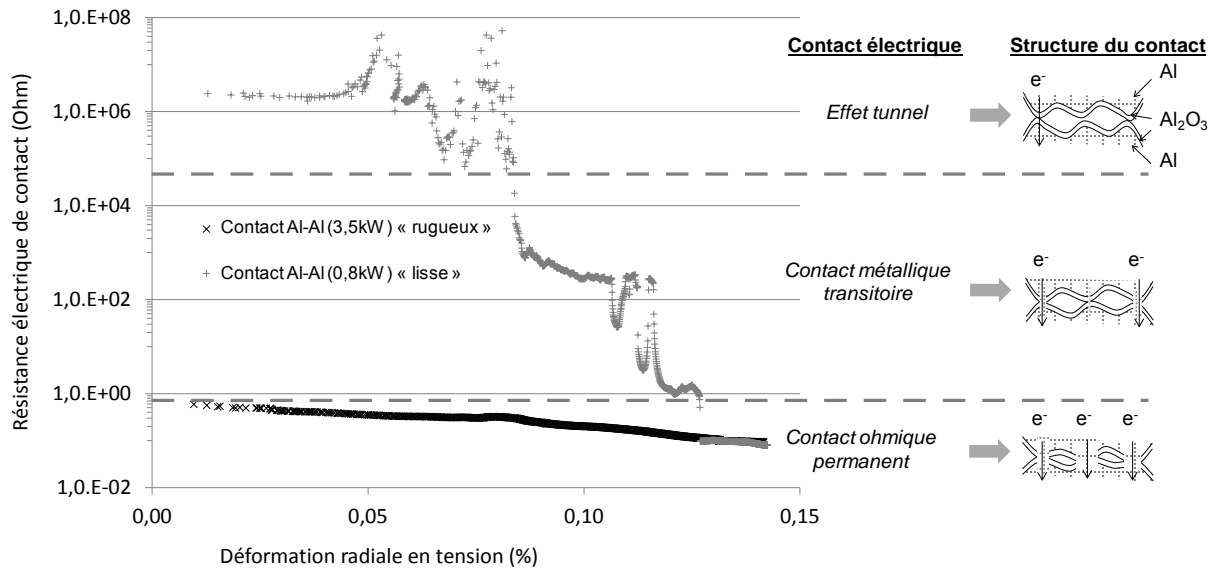


Figure V-58 – Scénario schématisé de l'évolution du contact électrique en fonction de la force appliquée pour un contact Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al sans singularité avec des films minces d'Aluminium.

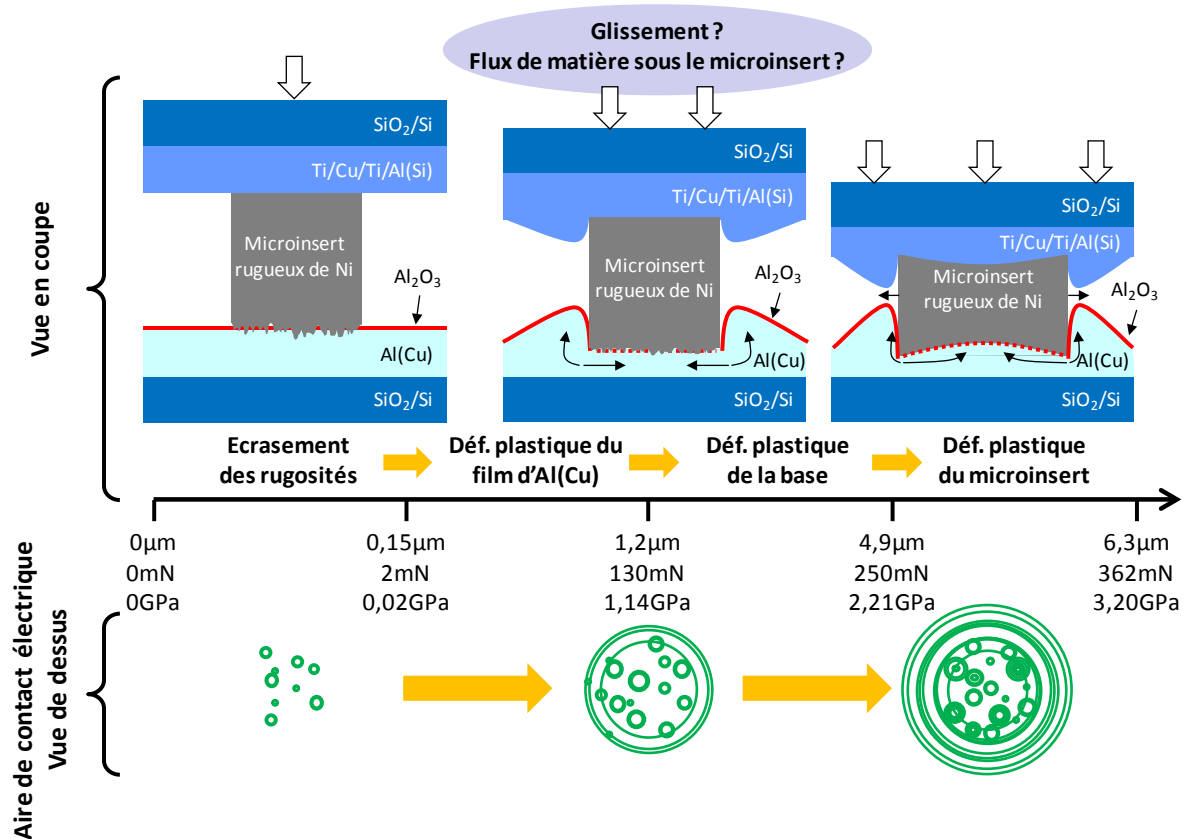


Figure V-59 – Scénario schématisé de l'évolution du contact électrique (formation de fissures dans l'Alumine native) en fonction de la pression appliquée, lors d'un essai de microinsertion pour un microinsert de diamètre 12µm.





## Conclusion Générale

Dans le cadre de l'intégration « 3D », une technologie d'assemblage par report de puces sur tranche de Silicium (« flip chip ») reposant sur un procédé de microinsertion a été développée, ouvrant une voie alternative au câblage filaire et aux interconnexions électriques traditionnelles. Cette technologie est basée sur la mise en contact de réseaux de microinserts métalliques en Nickel électrodéposé élaborés sur les plots de connexion du substrat récepteur, en vis-à-vis des plots de connexion métallique en Al(Cu<sub>wt-0,05%</sub>) placés sur la puce. L'étape clé du procédé de microinsertion (étape de thermocompression) consiste alors à appliquer une force de quelques Newtons sur chaque puce, permettant d'atteindre une pression maximale de 3,2GPa par microinsert, afin de réaliser la connexion électrique entre la puce et le substrat de Silicium. Au cours de ce travail, un scénario décrivant les mécanismes de formation du contact, d'un point de vue mécanique et électrique, entre un unique microinsert de Nickel rugueux et un film mince d'Aluminium lisse, prenant en compte la présence d'Alumine native à l'interface de contact, est proposé pour une gamme de pressions allant du MPa au GPa.

L'analyse du contact métal-oxyde-métal se base essentiellement sur la fissuration de l'oxyde natif suivie de l'extrusion du métal au travers des fissures, et nécessite d'établir les lois de comportement des matériaux mis en jeu, ainsi que d'étudier l'évolution du contact en fonction de la force appliquée à l'aide de dispositifs expérimentaux originaux. Ainsi, après avoir présenté en détail les dispositifs expérimentaux utilisés au cours de cette thèse, les propriétés mécaniques du film mince d'Al(Cu), du microinsert de Nickel et de l'oxyde natif d'Aluminium ont été évaluées à l'aide de mesures de nanoindentation instrumentée. Etant donné que les échantillons se présentent sous la forme d'empilement de films minces, il a été nécessaire d'élaborer un modèle analytique multicouche (extension du modèle de Bec *et al.*) permettant d'extraire les propriétés élastiques de la couche mince supérieure, tout en s'affranchissant de l'influence des couches sous-jacentes. En ce qui concerne le film d'Al(Cu), l'écrouissage a été modélisé avec la relation de Hollomon à l'aide d'essais d'indentation sphérique couplés à une modélisation numérique, et une valeur de limite d'élasticité de 46MPa avec un coefficient d'écrouissage de 0,09 ont pu être évalués. D'autre part, des dépôts d'Alumine ALD allant de 10 à 40nm d'épaisseur, ont été élaborés afin de palier à la faible épaisseur de l'Alumine native (environ 4nm), pour permettre la compréhension des mécanismes de fissuration d'un film fragile sur un substrat élastoplastique, à l'aide d'essais d'indentation sphérique.

En se basant sur les résultats obtenus, ce travail de thèse s'est poursuivi avec une analyse de la formation du contact réalisé par microinsertion. Une première étude a été menée en l'absence de la singularité de bord de plot et concernant uniquement l'Aluminium, avec l'utilisation d'un dispositif de compression de barreaux croisés (films minces métalliques déposés sur des cylindres en Silice). La mesure électrique de la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée a permis de décrire les étapes successives de la formation du contact électrique (effet tunnel, contact métallique transitoire, puis contact métallique permanent) et a également permis d'estimer une limite à la rupture en traction proche de 52MPa pour l'Alumine native. Puis, une seconde étude à l'échelle d'un microinsert de Nickel a été réalisée en employant un dispositif de microinsertion avec mesure électrique, développé au sein d'un nanoindenteur modifié. En couplant l'analyse fine des essais de microinsertion avec des simulations par la méthode des éléments finis, il a été possible de proposer un scénario de formation du contact (mécanique et électrique) prenant en compte la singularité géométrique et l'influence de la rugosité du plot de Nickel. Enfin, ces deux études ont mis en évidence le rôle prépondérant de l'oxyde natif d'Aluminium sur la formation du contact métallique, au travers du rapport d'aire de contact électrique sur aire de contact mécanique proche dans les deux cas de 0,1%.

## Conclusion Générale

Ce travail de recherche constitue donc une base solide pour la compréhension de la formation d'un contact métallique avec fissuration de l'oxyde natif à l'interface de contact et donne des éléments clés aux technologues pour discuter et optimiser le procédé de microinsertion. Toutefois, de nombreuses questions restent à élucider, telles que les problématiques liées aux matériaux, avec par exemple le rôle de la colle « époxy » d'assemblage sur la formation du contact électrique, ou encore les problèmes liés à la température, comme par exemple la formation de composés intermétalliques ou le fluage des matériaux. Mais ce travail ouvre également de nombreuses perspectives, en mettant en évidence le rôle prépondérant de la géométrie du contact (singularité géométrique et rugosité de surface) sur la fissuration de l'oxyde natif.

**Bibliographie**

[ABBOTT 1933]	Abbot E. et Firestone F., "Specifying surface quantity — A method based on accurate measurements and comparison.", <i>Mech. Eng.</i> , 1933, 55, pp. 569-572.
[ABDO 2005]	Abdo J. et Fahrang K., "Elastic-plastic contact model for rough surfaces based on plastic asperity concept.", <i>Intern. J. of Non-Linear Mech.</i> , 2005, 40, pp. 495-506.
[ABDO 2006]	Abdo J., "Modeling of frictional contact parameters of mechanical systems.", <i>Int. J. of Appl. Mech. And Eng.</i> , 2006, 11(3), pp. 449-465.
[ABDUL-BAQUI 2001]	Abdul-Baqi A. et Van der Giessen E., "Indentation-induced interface delamination of a strong film on a ductile substrate.", <i>Thin Solid Films</i> , 2001, 381, pp. 143-154.
[ABDUL-BAQUI 2002]	Abdul-Baqi A. et Van der Giessen E., "Numerical analysis of indentation-induced cracking of brittle coatings on ductile substrates.", <i>Intern. J. of Sol. And Structures</i> , 2002, 39(6), pp. 1427-1442.
[ALI 2005]	Ali L., Chan Y.C. et Alam M.O., "The effect of thermal cycling on the contact resistance of anisotropic conductive joints.", <i>Soldering &amp; Surface Mount Technology</i> , 2005, 17(3), pp. 20-31.
[ALLEN 1991]	Allen L. H. <i>Et al.</i> , "Solutions to current crowding in circular vias for contact resistance measurements.", <i>J. Appl. Phys.</i> , 1991, 70(1), pp. 253-258.
[ANDERSON 2005]	Anderson T. L., <i>Fracture Mechanics – Fundamentals and Applications</i> , 3 <sup>rd</sup> Edition, Taylor & Francis Ed., 2005.
[ANTUNES 2007]	Antunes J. M. <i>et al.</i> , "A new approach for reverse analyses in depth-sensing indentation using numerical simulation.", <i>Acta Mater.</i> , 2007, 55, pp. 69-81.
[ARONSTEIN 2004]	Aronstein J., "An updated view of the aluminium contact interface.", <i>Proc. Of the 50<sup>th</sup> IEEE Holm Conf. On Electrical Contacts &amp; the 22<sup>nd</sup> Intern. Conf. On Electrical Contacts</i> , 2004, pp. 98-103.
[ARRAZAT 2012]	Arrazat B., "Maîtrise de la microstructure de films minces d'or par traitements de surface pour l'optimisation du contact mécanique et ohmique des micro-relais MEMS. ", Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, France, 2012.
[ASHCROFT 1976]	Ashcroft N. W. et Mermin N. D., "Solid state physics.", Saunders College, 1976.
[BADIH 1994]	El-Kareh B., "Fundamentals of semiconductor processing technology.", Springer, 1994.
[BAHR 1998]	Bahr D. F. <i>et al.</i> , "Non-linear deformation mechanisms during nanoindentation.", <i>Acta Mater.</i> , 1998, 46(10), pp. 3605.
[BAHR 2003]	Bahr D. F. <i>Et al.</i> , "Indentation induced film fracture in hard film – soft substrate systems.", <i>Inter. J. Of Fract.</i> , 2003, 119-120, pp. 339-349.
[BANERJEE 2001]	Banerjee K. <i>et al.</i> , "3D lcs: a novel chip design for improving deep-submicrometer interconnect performance and systems-on-chip integration.", <i>Proc. Of the IEEE</i> , 2001, 89(5), pp. 602-632.
[BARNAT 2011]	Barnat S., "Etude prédictive de fiabilité de nouveaux concepts d'assemblage pour des « system-in-package » hétérogènes. ", Thèse de Doctorat, Université de Bordeaux I, France, 2011.
[BARNOUSH 2010]	Barnoush A. <i>et al.</i> , "Correlation between dislocation density and pop-in phenomena in aluminum studied by nanoindentation and electron channeling contrast imaging.", <i>Scripta Mater.</i> , 2010, 63, pp. 465-468.
[BEC 2006]	Bec S. <i>et al.</i> , "A simple guide to determine elastic properties of films substrate from nanoindentation experiments.", <i>Phil. Mag.</i> , 2006, 86(33-35), pp. 5347-5358.
[BEGHINI 2006]	Beghini M. <i>et al.</i> , "Evaluation of the stress–strain curve of metallic materials by spherical indentation.", <i>Intern. J. of Sol. And Struct.</i> , 2006, 43, pp. 2441-2459.

- [BEGLEY 1999] Begley M. R. *et al.*, "Spherical impression of thin elastic films on elastic-plastic substrates.", *Intern. J. of Sol. And Struct.*, 1999, 36(18), pp. 2773-2788.
- [BOLSHAKOV 1996] Bolshakov A. *Et al.*, "Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part II. Finite element simulations.", *J. Of Mater. Res.*, 1996, 11(3), pp. 760-768.
- [BOLSHAKOV 1998] Bolshakov A. Et Pharr G. M., "Influences of pile-up on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques.", *J. Of Mater. Res.*, 1998, 13, pp. 1049-1058.
- [BOND 1977] Bond N. T. *Et al.*, "Fundamental consideration of Aluminium electrical contact interfaces.", *Holm Conf. On Electrical Contacts*, 1977..
- [BOSTROM 2001] Bostrom O., "Wafer shape control – Study of the reactivity in Ti/Al dual layers and its effect on the stress.", *Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences et Techniques de Saint-Jérôme, Marseille, France*, 2001.
- [BOUSSINESQ 1885] Boussinesq J., "Applications des potentiels à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques.", *Paris : Gauthier-Villars*, 1885.
- [BOUTRY 2008] Boutry H. *et al.*, "Reliability Characterization of Ni-based Microinsert Interconnections for Flip Chip Die on Wafer Attachment and Their Evaluation in Multichip SIMCARD Prototype.", *EPTC: 2008 10<sup>th</sup> Electronics Pack. Tech. Conf.*, 2008, Vols 1-3, pp. 1334-1339.
- [BOUTRY 2009] Boutry H. *Et al.*, "Reliability Characterization and Process Optimization of Ni-based Microinsert Interconnections for Flip Chip Die on Wafer Attachment.", *2009 IEEE 59<sup>th</sup> Electronic Comp. And Tech. Conf.*, 2009, Vols 1-4, pp. 74-79.
- [BRANDT 2007] Brandt R. Et Neuer G., "Electrical Resistivity and Thermal Conductivity of Pure Aluminum and Aluminum Alloys up to and above the Melting Temperature.", *Intern. J. Of Thermophysics*, 2007, 28(5), pp. 1429-1446.
- [BRANTLEY 1973] Brantley W. A., "Calculated elastic constants for stress problems associated with semiconductor devices.", *J. Appl. Phys.*, 1973, 44(1), pp. 534-535.
- [BRECHET 2001] Bréchet Y. *et al.*, "Sélection des matériaux et des procédés de mise en œuvre. ", 2001, TM volume 20, Ed. Presses Polytechniques Romandes.
- [BROUE 2010] Broue A. *Et al.*, "Validation of bending tests by nanoindentation for micro-contact analysis of MEMS switches.", *J. Micromech. Microeng.*, 2010, 20.
- [BRUN 2005] Brun J. *et al.*, "Localized Microinserts Connection for Smart Card Secure Micro Packaging.", *High Density Microsystem Design and Packaging and Component Failure Analysis Conf.*, 2005, pp. 1-5.
- [BUCAILLE 2003] Bucaille J. L. *et al.*, "Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters.", *Acta Mater.*, 2003, 51, 99, pp. 1663-1678.
- [BUCKLE 1961] Bückle H., *VDI Berichte*, 1961, 41, p. 14.
- [BUCZKOWSKI 2009] Buczkowski R. et Kleiber M. "Statistical Models of Rough Surfaces for Finite Element 3D-Contact Analysis.", *Archives of Computational Methods in Engineering*, 2009, 16, pp. 399-424.
- [BULL 2012] Bull S. J., "Mechanical response of atomic layer deposition alumina coatings on stiff and compliant substrates.", *J. Vac. Sci. Technol.*, 2012, A 30(1), pp. 160-1 - 160-8.
- [BULYCHEV 1973] Bulychev S. I. *et al.*, "Determining Young's modulus from the indenter penetration diagram.", *Zavod. Lab.*, 1973, 39, pp. 1137-1142.
- [BURNETT 1987] Burnett P. J. et Rickerby D. S., "The mechanical properties of wear-resistant coatings: I: Modeling of hardness Aluminium." And "The mechanical properties of wear-resistant coatings: II: Experimental studies and interpretation of hardness.", *Thin Solid Films*, 1987, 148(1), pp. 40-65.
- [CERRUTI 1882] Cerruti V., *Roma, Acc. Lincei, Mem. Fis. Mat.*, 1882.

- [CHANG 1987] Chang W. R. *et al.*, "An elastic-plastic model for the contact of rough surfaces.", ASME J. of tribology, 1987, 109, pp. 257-263.
- [CHAUDHURY 1987] Chaudhury P. K. et Mohamed F. A., "Creep and ductility in an Al-Cu solid-solution alloy.", Metal. I Trans. a-Phy. Met. and Mater. Sci., 1987, 18(12), pp. 2105-2114.
- [CHECHENIN 1995] Chechenin N. G. *et al.*, "Nanoindentation of amorphous aluminum-oxide films. 2. Critical parameters for the breakthrough and a membrane effect in thin hard films on soft substrates.", Thin Solid Films, 1995, 261(1-2), pp. 228-235.
- [CHEN 2001] Chen X. et Vlassak J.J., "Numerical study on the measurement of thin film mechanical properties by means of nanoindentation.", J. of Mater. Res., 2001, 16(10), pp. 2974-2982.
- [CHENG 1998] Cheng Y. T. et Cheng C.M., "Effects of 'sinking in' and 'piling up' on estimating the contact area under load in indentation.", Phil. Mag. Lett., 1998, 78(2), pp. 115-120.
- [CHENG 2004] Cheng Y. T. et Cheng C.M., "Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements.", Mater. Science and Engineering R44, 2004, pp. 91-149.
- [CHERAULT 2006] Cherault N., "Caractérisation et modélisation thermomécanique des couches d'interconnexions dans les circuits sub-microélectroniques.", Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, France, 2006.
- [CHIU 2002] Chiu Y. L. et Ngan A. H. W., "Time-dependent characteristics of incipient plasticity in nanoindentation of a Ni<sub>3</sub>Al single crystal.", Acta Mater., 2002, 50(6), pp. 1599.
- [CHOLLACOO 2003] Chollacoop N. *et al.*, "Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters.", Acta Mater., 2003, 51, pp. 3713-3729.
- [CHUDOBA 2000] Chudoba T. *et al.*, "Determination of mechanical film properties of a bilayer system due to elastic indentation measurements with a spherical indenter.", Thin Solid Films, 2000, 377-378, pp. 366-372.
- [CHUDOBA 2002] Chudoba T. *et al.*, "Steps towards a mechanical Aluminium of layered systems.", Surface and Coatings Technology, 2002, 154, pp. 140-151.
- [CRINON 1998] Crinon E. et Evans J. T., "The effect of surface roughness, oxide film thickness and interfacial sliding on the electrical contact resistance of Aluminium.", Mater. Science and Engineering a-Structural Mater. Properties Microstructure and Processing, 1998, 242(1-2), pp. 121-128.
- [COLLIN 2007] Collin J. M. *et al.*, "Identification des paramètres de lois de comportement élastoplastique par indentation continue sphérique.", 18ème Congrès Français de Mécanique, 2007, pp. 1-6.
- [COMNINOU 1976] Comninou M., "Stress singularities at a sharp edge in contact problems with friction.", ZAMP, 1976, 27, pp. 493-499.
- [CONSTANTINESCU 2013] Constantinescu A. *et al.*, "Symbolic and numerical solution of the axisymmetric indentation problem for a multilayered elastic coating.", Intern. J. of Sol. and Struct. (In Press, Corrected Proof — Note to users).
- [COOPER 1969] Copper M. *et al.*, "Thermal contact conductance.", Intern. J. of Heat and Mass Transfer, 1969, 12, pp. 279-300.
- [DAO 2001] Dao M. *et al.*, "Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation.", Acta mater., 2001, 49, pp. 3899-3918.
- [DELOBELLE 2008] Delobelle P. *et al.*, "Quelques potentialités de l'essai de nanoindentation. Cas du nickel polycristallin et électrodéposé : interprétation du module d'indentation, de la dureté, des effets d'échelle et des paramètres d'identification inverse.", Matériaux & Techniques, 2008, 96 (Hors-série), pp. 83-94.
- [DENHOFF 2006] Denhoff M. W., "An accurate calculation of spreading resistance.", J. of Physics D: Applied Physics, 2006, pp. 1761.

## Bibliographie

[DEY 2003]	Dey G. K., "Physical Metallurgy of Nickel Aluminides.", ChemInform, 2003, 34(35), pp. 247–262.
[DIESELHORST 1900]	Diesselhorst H., "Über das Problem eines elektrisch erwärmten Leiters." Ann Phys. Leipzig 1:312, 1900.
[DIOP 2009]	Diop M. D., "Contribution à l'étude mécanique et électrique du contact localisé : Adaptation de la nanoindentation à la microinsertion.", Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, France, 2009.
[DOERNER 1986_1]	Doerner M. F. et Nix W. D., "A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments.", J. of Mater. Res., 1986, 1(4), pp. 601-609.
[DOERNER 1986_2]	Doerner M. F. <i>et al.</i> , "Plastic properties of thin films on substrates as measured by submicron indentation hardness and substrate curvature techniques.", J. of Mater. Res., 1986, 1(6), pp. 845-851.
[DUNDURS 1972]	Dundurs J. et Lee M. S., "Stress concentration at a sharp edge in contact problems.", J. of Elasticity, 1972, 2, pp. 109-112.
[DUVIVIER 2011]	Duvivier P. Y., "Etude expérimentale et modélisation du contact électrique et mécanique quasi-statique entre surfaces rugueuses d'or : application aux micros-relais MEMS.", Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, France, 2011.
[EASON 1960]	Eason G. et Shield R. T., "The plastic indentation of a semi-infinite solid by a perfectly rough circular punch.", Zeitschrift für angewandte Mathematik und Physik ZAMP, 1960, 11(1), pp 33-43.
[EL KHAKANI 1997]	El Khakani M. A. <i>et al.</i> , "Linear dependence of both the hardness and the elastic modulus of pulsed laser deposited a-SiC films upon their Si-C bond density.", J. Appl. Phys., 1997, 82(9), pp. 4310-4318.
[ENGEL 1992]	Engel P. A. <i>et al.</i> , "Interpretation of superficial hardness for multilayer platings.", Thin solid films, 1992, 207, pp. 144-152.
[ENGERAND 1990]	Engerand J. L., Mécanique de la rupture, Techniques de l'ingénieur, 1990.
[ERDOGAN 1963]	Erdogan F. et Sih G. C., "On the crack extension in plates under plane loading and transverse shear.", J. of Basic Eng., 1963, 85, pp. 519-527.
[EVANS 1994]	Evans A. G. et Hutchinson J. W., "The thermomechanical integrity of thin-films and multilayers.", Acta Metal. et Mater., 1995, 43(7), pp. 2507-2530.
[EVANS 1999]	Evans A. G. <i>et al.</i> , "Interface adhesion: Effects of plasticity and segregation. ", Acta Mater., 1999, 47(15), pp. 4093-4113.
[FAN 2011]	Fan X. <i>et al.</i> , "Investigation on periodic cracking of elastic film/substrate system by the extended finite element method.", Applied Surface Science, 2011, 257, pp. 6718-6724.
[FECHANT 2003]	Féchant L. et Tixador P., "Matériaux conducteurs et de contact électrique.", Paris, Hermès Science Publications, 2003.
[FINETTI 1984]	Finetti M., Scorzoni A. et Soncini G., "Lateral Current Crowding Effects on Contact Resistance Measurement in Four Terminal Resistor Test Patterns.", IEEE Electron Device Letters, 1984, 5(12), pp. 524-526.
[FISCHER-CRIPPS 1994]	Fischer-Cripps A. C. Et Collins R. E., "The probability of hertzian fracture.", J. of Mater. Science, 1994, 29(8), pp. 2216-2230.
[FISCHER-CRIPPS 1997]	Fischer-Cripps A. C., "Predicting Hertzian fracture.", J. of Mater. Science, 1997, 32(5), pp. 1277-1285.
[FISCHER-CRIPPS_1 2004]	Fischer-Cripps A. C., "A simple phenomenological approach to nanoindentation creep.", Mater. Science and Engineering a-Structural Mater. Properties Microstructure and Processing, 2004, 385(1-2), pp. 74-82.
[FISCHER-CRIPPS_2 2004]	Fischer-Cripps A. C., "Nanoindentation – 2 <sup>nd</sup> Edition.", Springer, 2004.

- [FRANCOIS\_1 2009] François D., Pineau A. et Zaoui A., "Elasticité et plasticité.", Hermès Science Publications, 2009.
- [FRANCOIS\_2 2009] François D., Pineau A. et Zaoui A., "Viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture et mécanique du contact.", Hermes Science Publications, 2009.
- [FROST 1982] Frost H. J. et Ashby F., Deformation-mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics. (Pergamon Press, 1982).
- [GADELRAH 2012] Gadelrah K. R. *et al.*, "Densification modeling of fused silica under nanoindentation.", J. of Non-Crystalline Sol., 2012, 358, pp.392-398.
- [GALIN 1946] Galin L. A., "Spatial contact problems of the theory of elasticity for punches of circular shape in planar projection.", J. Appl. Math. Mech. (PMM), 1946, 10, pp. 425-448.
- [GANE 1968] Gane N. et Bowden F. P., "Microdeformation of Sol.", J. Appl. Phys., 1968, 39(3), pp. 1432.
- [GAO 1992] Gao H. J., Chiu C. H. et Lee J., "Elastic contact versus indentation modeling of multilayered materials.", Intern. J. of Sol. and Structures, 1992, 29(20), pp. 2471-2492.
- [GDOUTOS 1975] Gdoutos E. E. et Theocaris P. S., "Stress concentration at the apex of a plane indenter acting on an elastic half-plane.", J. of Applied Mechanics, Trans ASME, Series E, 1975, 42, 3, pp. 688.
- [GERBERICH 1994] Gerberich W. W. *et al.*, "The injection of plasticity by millinewton contacts," Acta Metall. and Mater., 1994, 43(4), pp. 1569-1576.
- [GERBERICH 1996] Gerberich W. W. *et al.*, "Indentation induced dislocation nucleation: The initial yield point," Acta Mater., 1996, 44(9), pp. 3585-3598.
- [GILBERT 2008] Gilbert K. W. *et al.*, "A Nanoindenter Based Method for Studying MEMS Contact Switch Microcontacts.", Proc. of the 54<sup>th</sup> IEEE Holm Conf. on Electrical Contacts, 2008, pp. 137-144.
- [GLOOS 2003] Gloos *et al.*, "Properties of native ultrathin aluminium oxide tunnel barriers.", J. Phys.: Condens. Matter, 2003, 15, pp. 1733-1746.
- [GOKEN 2001] Göken M. et Kempf M., "Pop-ins in nanoindentation - The initial yield point.", Zeitschrift für Metallkunde, 2001, 92(9), pp. 1061-1067.
- [GOUBAULT 2013] Goubault de Brugière B. *et al.*, "Electro-mechanical studies of micro-tube insertion into Al-Cu pads for 10µm pitch interconnection technology and 3D applications.", Microelectronic Engineering, 2013, 107, pp. 84-90.
- [GOULDSTONE 2000] Gouldstone A. *et al.*, "Discrete and continuous deformation during nanoindentation of thin films.", Acta Mater., 2000, 48, pp. 2277-2295.
- [GRAHAM 1972] Graham M. J. et Cohen M., "On the Mechanism of Low-Temperature Oxidation (23-450°C) of Polycrystalline Nickel.", J. Electrochem. Soc, 1972, 119, pp. 879-882.
- [GREENWOOD 1958] Greenwood, J. A. et Williamson, J. B. P., "Electrical Conduction in Sol.. II. Theory of Temperature-Dependent Conductors.", Proc. of the Royal Soc. of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences (1934-1990), 1958, 246, pp. 13-31.
- [GREENWOOD\_1 1966] Greenwood J. A. et Tripp J. H., "Elastic contact of rough spheres.", J. of Applied Mechanics, 1967, 34, pp. 153-&.
- [GREENWOOD\_2 1966] Greenwood J. A., "Constriction resistance and the real area of contact.", British J. Appl. Phys., 1966, 17, pp. 1621-1632.
- [GREENWOOD 1967] Greenwood J. A. et Tripp J. H., "Elastic contact of rough spheres.", J. of Applied Mechanics, 1967, 34, pp. 153-&.
- [GREENWOOD 1971] Greenwood J. A. et Tripp J. H., "The contact of two nominally flat rough surfaces.", Proc. of the Institution of Mechanical Engineers, 1971.
- [GREENWOOD 1984] Greenwood J. A., Johnson K. L. et Matsubara E., "A surface roughness parameter in Hertz contact.", Wear, 1984, 100, pp. 47-57.



## Bibliographie

[GRONER 2004]	Groner M. D. <i>et al.</i> , "Low-Temperature Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Atomic Layer Deposition.", Chem. Mater., 2004, 16, pp. 639-645.
[GROSSKREUTZ 1969]	Grosskreutz J. C., "Mechanical properties of metal oxide films." J. of the Electrochemical Soc., 1969, 116(9), pp. 1232-1237.
[HALL 1951]	Hall E. O., Proc. Phys. Soc., Ser. B, 1951, 64, pp. 747-753.
[HAINSWORTH 1996]	Hainsworth S. V. <i>et al.</i> , "Analysis of nanoindentation load-displacement loading curves.", J. of Mater. Res., 1996, 11(8), pp. 1987-1995.
[HAINSWORTH 1998]	Hainsworth S. V. <i>et al.</i> , "The effect of coating cracking on the indentation response of thin hard-coated systems.", Surface and Coatings Technology, 1998, 102(1), pp. 97-107.
[HAMILTON 1970]	Hamilton B. et Rawson R., "The determination of the flaw distributions on various glass surfaces from Hertz fracture experiments.", J. Mech. Phys. Sol., 1970, 18(2), pp. 127-146.
[HAN 2006]	Han S. M. <i>et al.</i> , "Determining hardness of thin films in elastically mismatched film-on-substrate systems using nanoindentation.", Acta Mater., 2006, 54(6), pp. 1571-1581.
[HAY 1999]	Hay J. <i>et al.</i> , "A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data.", J. Mater. Res., 14(6), 1999, pp. 2296-2305.
[HAY 2001]	Hay J. et Wolff P. J., "Small correction required when applying the Hertzian contact model to instrumented indentation data.", J. Mater. Res., 16(5), 2001, pp. 1280-1286.
[HAY 2011]	Hay J. et Crawford B., "Measuring substrate-independent modulus of thin films.", J. Mater. Res., 2011, 26(6), pp. 727-738.
[HE 1989]	He M. Y. et Hutchinson J. W., "Crack deflection at an interface between dissimilar elastic materials.", Int. J. Sol. Struct., 1989, 25(9), pp. 1053-1067.
[HELVACI 2005]	Helvacı F. <i>et al.</i> , "A Nanoindentation Study of Thermally-Grown-Oxide Films on Silicon.", MRS Proc., 2004, vol. 841.
[HERRMANN 2005]	Herrmann C. F. <i>et al.</i> , "Properties of atomic layer deposited Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /ZnO dielectric films grown at low temperatures for RF MEMS.", Proc. of the SPIE on Micromachining and Microfabrication Process Technology X, 2005, 5715, pp. 159-166.
[HERTZ 1881]	Hertz H., "On the contact of rigid elastic solids.", London: Macmillan, New York, Macmillan and co., 1896.
[HOLLOMON 1945]	Hollomon J., "Tensile deformation.", Trans. AIME, 1945, (162) 268.
[HOLM 1999]	Holm R., "Electric contacts: theory and applications.", Springer, 4 <sup>th</sup> Ed., 1999.
[HOLMBERG 2006]	Holmberg K. <i>et al.</i> , "Tribological contact analysis of a rigid ball sliding on a hard coated surface Part I: Modelling stresses and strains.", Surface & Coatings Technology, 2006, 200, PP. 3793-3809.
[HUBER 2008]	Huber N. et Hereens J., "On the effect of a general residual stress state on indentation and hardness testing.", Acta Mater., 2008, 56, pp. 6205-6213.
[HUTCHINSON 1992]	Hutchinson J. W. et Suo Z., "Mixed-mode cracking in layered Mater..", Advances in Applied Mechanics, 1992, Vol. 29, pp. 63-191.
[ITRS 2009]	ITRS, "Intern. Technology Roadmap for Semiconductors: Assembly and Packaging", 2009.
[JACKSON 2006]	Jackson R. L. et Green I., "A statistical model of elasto-plastic asperity contact between rough surfaces.", Tribol. Intern., 2006, 39, pp. 906-914.
[JAIN 2007]	Jain V. V., "Microstructure and properties of copper thin films on silicon substrates.", Master of Science Thesis, Texas A&M University, 2007.
[JAGER 2001]	Jäger J., "New analytical solutions for a flat rounded punch compared with FEM.", Intern. J. of Sol. and Structures, 2011, 109, pp. 959-972.

[JEN 2011]	Jen S. H. <i>et al.</i> , "Critical tensile and compressive strains for cracking of Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> films grown by atomic layer deposition.", J. Appl. Phys., 1968, 39(084305).
[JENSEN 2005]	Jensen B. D. <i>et al.</i> , "Effect of nanoscale heating on electrical transport in RF MEMS switch contacts.", J. of Microelectromechanical Systems, 2005, 14, pp. 935-946.
[JIANG 2009]	Jiang J. <i>et al.</i> , "Quasi-static normal indentation of an elasto-plastic substrate by a periodic array of elastic strip punches.", Intern. Journal of Sol. and Structures, 2009, 46, pp. 3677-3693.
[JOHNSON 1987]	Johnson K. L., Contact mechanics. Cambridge University Press, 1987.
[JONSSON 1984]	Jönsson B. et Hogmark S., "Hardness measurements of thin films.", Thin Solid Films, 1984, 114(3), pp. 257-269.
[JORDAN 1999]	Jordan E. H. et Urban M. R., "An approximate analytical expression for elastic stresses in flat punch problems.", Wear, 1999, 236, pp. 134-143.
[JOSHI 2004]	Joshi A. <i>et al.</i> , "Comparison of the thermal performance of wire bonded and flip chip CSP's. Thermal and Thermomechanical Phenomena in Electronic Systems.", The 9th Intersoc. Conf. on IThERM '04, 2004, 2, pp. 635-639.
[JOSLIN 1990]	Joslin D. L. et Oliver W. C., "A new method for analyzing data from continuous depth-sensing microindentation tests.", J. Mater. Res., 1990, 5(1), pp. 123-126.
[KANG 1999]	Kang S. H <i>et al.</i> , "Metal.I techniques for more reliable integrated circuits.", Jom-J. of the Minerals Metals & Mater. Soc., 1999, 51(3), pp. 16-18.
[KEITHLEY 2004]	Keithley, "Low level measurements handbook: Precision DC current, voltage and resistance measurements.", 6th edition, Keithley instruments, Inc., Cleveland, 2004.
[KERMOUCHE 2008]	Kermouche G. <i>et al.</i> , "Mechanical modelling of indentation-induced densification in amorphous silica.", Acta Mater., 2008, 56, pp. 3222-3228.
[KIM 2008]	Kim J. W. <i>et al.</i> , "Analysis of Failure Mechanism in Anisotropic Conductive and Non-Conductive Film Interconnections. ", Components and Packaging Technologies, IEEE Trans. on, 2008, 31(1), pp. 65-73.
[KING 1987]	King R. B., "Elastic analysis of some punch problems for a layered medium", Intern. J. of Sol. and Structures, 1987, 23(12), pp. 1657-1664.
[KRAMER 2001]	Kramer D. E. <i>et al.</i> , "Surface constrained plasticity: Oxide rupture and the yield point process.", Phil. Mag. A, 2001, 81(8), pp. 2033.
[KOGUT 2006]	Kogut L. et Jackson R. L. "A Comparison of Contact Modeling Utilizing Statistical and Fractal Approaches.", J. of Tribology, 2006, 128, pp. 213-217.
[KOHLRAUSCH 1900]	Kohlrausch F., "Über den stationären Temperaturzustand eines elektrisch geheizten Leiters.", Ann. Phys., 1900, 1, pp. 132-158.
[KRUEGER 1972]	Krueger Wm. H. et Pollack S. R., "The initial oxidation of aluminum thin films at room temperature.", Surface Science, 1972, 30(2), pp. 263-279.
[KUAN CHUNG 2010]	Kuan-Chung L. <i>et al.</i> , "Comparing flip chip and wire-bond package effects on a receiver low-noise amplifier.", Electrical Design of Advanced Packaging & Systems Symposium (EDAPS) IEEE, 2010, pp. 1-4.
[LAWLESS 1973]	Lawless K. R., "The oxidation of metals.", Reports on Progress in Physics, 1974, 37(2), pp. 231-316.
[LAWN 1977]	Lawn B. R. et Evans A. G., "Model for crack initiation in elastic-plastic indentation fields.", J. of Mater. Science, 1977, 12(11), pp. 2195-2199.
[LAWN 1982]	Lawn B. R., Hockey B. J. et Richter H., "Indentation analysis: applications in the strength and wear of brittle materials." J. Microscopy, 1983, 130(3), pp. 295-308.
[LAWN 1998]	Lawn B. R., "Indentation of Ceramics with Spheres: A Century after Hertz.", J. of the American Ceramic Soc., 1998, 81(8), pp. 1977-1994.
[LAWN 2003]	Lawn B. R., "Fracture and deformation in brittle Sol.: A perspective on the issue of scale.", J. of Mater. Res., 2003, 19(3), pp. 22-29.

[LE 2004]	Le H. R. <i>et al.</i> , "Surface oxide fracture in cold aluminium rolling.", <i>Acta Mater.</i> , 2004, 52, pp. 911-920.
[LE 2005]	Le H. R. <i>et al.</i> , "Surface generation and boundary lubrication in bulk forming of aluminium alloy.", <i>Wear</i> , 2005, 258, pp. 1567-1576.
[LEE 1970]	Lee C. H. et Kobayashi S., "Elastoplastic analysis of plane-strain and axisymmetric flat punch indentation by the finite-element method.", <i>Int. J. mech. Sci.</i> Pergamon Press., 1970. 12, pp. 349-370.
[LEE 2003]	Lee Y. H. et Kwon D., "Measurement of residual-stress effect by nanoindentation on elastically strained (100) W.", <i>Scripta Mater.</i> , 2003, 49, pp. 459-465.
[LEE 2004]	Lee Y. H. <i>et al.</i> , "Micromechanical Analysis on Residual Stress-Induced Nanoindentation Depth Shifts in DLC Films.", <i>Scripta Mater.</i> , 2004, 50(9), pp. 1193-1198.
[LEGUILLON 2000]	Leguillon D. <i>et al.</i> , "Mixité modale pour une fissure d'interface, Application à l'essai brésilien.", <i>Revue européenne des éléments finis</i> , 2000, volume 9, pp. 263-276.
[LEPIENSKI 2004]	Lepienski C. M. <i>et al.</i> , "Factors limiting the measurement of residual stresses in thin films by nanoindentation.", <i>Thin Solid Films</i> , 2004, 447-448, pp.251-257.
[LEVY 2001]	Levy M. <i>et al.</i> , "Handbook of Elastic Properties of Sol., Liquids, and Gases: Elastic properties of fluids: Liquids and gases.", Academic Press, 2001.
[LI 1997]	Li X. D. <i>et al.</i> , "Fracture mechanisms of thin amorphous carbon films in nanoindentation.", <i>Acta Mater.</i> , 1997,45(11), pp. 4453-4461.
[LI 2002]	Li X. et Bhushan B., "A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications.", <i>Mater. Characterization</i> 48, 2002, pp. 11-36.
[LI 2009]	Li H. et Vlassak J. J., "Determining the elastic modulus and hardness of an ultra-thin film on a substrate using nanoindentation", <i>Mater. Res. Soc.</i> , 2009, pp. 1114-1126.
[LIM 1994]	Lim I. L. <i>et al.</i> , "Assessment of mixed-mode fracture-toughness testing methods for rock.", <i>Intern. J. of Rock Mechanics and Mining Sciences &amp; Geomechanics Abstracts</i> , 1994, 31(3), pp. 265-272.
[LIM 1999]	Lim Y. Y. <i>et al.</i> , "Accurate determination of the mechanical properties of thin aluminum films deposited on sapphire flats using nanoindentations.", <i>J. Mater. Res.</i> , 1999, 14(6), pp. 2314-2327.
[LIN 2007]	Lin K. Y. et El-Gamal M. N., "Performance and modeling of bonding wire transformers in a package for RF IC's.", <i>Intern. Conf. on Microelectronics</i> , 2007, pp. 154-157.
[LIU 1998]	Liu W. C., Chen S. W. et Chen C. M. "The Al/Ni interfacial reactions under the influence of electric current.", <i>J. of Electronic Mater.</i> , 1998, 27(1), pp. L5-L9.
[LOUBET 1993]	Loubet J. L. <i>et al.</i> , "Nanoindentation with a surface force apparatus.", <i>Mechanical properties and deformation behavior of materials having ultra-fine microstructures</i> , Kluwer Academic Publishers, 1993. pp. 429-447.
[LOVE 1939]	Love A. E. H., "Boussinesq's problem for a rigid cone.", <i>The Quarterly J. of Mathematics</i> , 1939, 10(1), pp. 161-175.
[LUCAS 1997]	Lucas B. N. <i>et al.</i> , "Time dependent deformation during indentation testing.", <i>MRS Proc. - Thin Films: Stresses and Mechanical Properties VI</i> , 1997, 436, pp. 233-238.
[LUDWICK 1909]	Ludwik P., <i>Elemente der technologischen Mechanik</i> . Springer Verlag OHG, Berlin, 1909.
[MADY 2012]	Mady C. E. K. <i>et al.</i> , "Numerical analysis of different methods to calculate residual stresses in thin films based on instrumented indentation data.", <i>J. Mater. Res.</i> , 2012, 27(13), pp. 1732-1741.

- [MAINDRON 2012] Maindron T. *et al.*, "Stability of 8-hydroxyquinoline aluminum films encapsulated by a single Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> barrier deposited by low temperature atomic layer deposition.", *Thin Solid Films*, 2012, 520(23), pp. 6876-6881.
- [MANDRILLON 2012] Mandrillon V., "Evaluation de la contribution de « spreading » lors de la mesure de résistance électrique de contact entre films minces métalliques en configuration « 4 fils ». ", *Rapport interne CEA-LETI*, 2012.
- [MATHWESON 2006] Mathewson A. *et al.*, "Microstructured interconnections for high security systems.", *ESTC 2006 : 1<sup>st</sup> Electronics System Integration Technology Conf. Proc.*, 2006, Vols 1 and 2, pp. 126-132.
- [MATHWESON 2007] Mathewson A. *et al.*, "Detailed characterization of Ni microinsert technology for flip chip die on wafer attachment.", *57<sup>th</sup> Electronic Components & Technology Conf., Proc.*, 2007, pp. 616-621.
- [MAURIN 2010] Maurin A., *Rapport de stage de fin d'étude*, Ecole Supérieure d'Ingénieurs de Luminy, 2010.
- [MAXWELL 1873] Maxwell J. C., "A treatise on electricity and magnetism.", Oxford, Clarendon Press, 1873.
- [MAYADAS 1968] Mayadas A. F., "Intrinsic Resistivity and Electron Mean Free Path in Aluminum Films.", *J. Appl. Phys.*, 1968, 39, pp. 4241.
- [MAYADAS 1970] Mayadas A. F. et Shatzkes M., "Electrical-Resistivity Model for Polycrystalline Films: the Case of Arbitrary Reflection at External Surfaces.", *Phys. Rev. B* 1, 1970, 1(4), pp. 1382-1389.
- [MENCIK 1997] Mencik J. *et al.*, "Determination of elastic modulus of thin layers using nanoindentation.", *J. of Mater. Res.*, 1997, 12(9), pp. 2475-2484.
- [MERCIER 2010] Mercier D. *et al.*, "Mesure de module d'Young d'un film mince à partir de mesures expérimentales de nanoindentation réalisées sur des systèmes multicouches.", *Matériaux & Techniques*, 2011, 99, pp. 169-178.
- [MERCIER 2012\_1] Mercier D. *et al.*, "Quantitative evolution of electrical contact resistance between aluminum thin films.", *Proc. of the 58<sup>th</sup> IEEE Holm Conf. on Electrical Contacts*, 2012, pp. 1-8.
- [MERCIER 2012\_2] Mercier D. *et al.*, "Analysis of electrical contact resistance establishment between a Ni micro-insert and an Al thin film in flip chip applications.", *Communication poster à la Conférence "Materials for Advanced Metallization 2012"*.
- [MERLE 2012] Merle B. *et al.*, "Experimental determination of the effective indenter shape and  $\varepsilon$ -factor for nanoindentation by continuously measuring the unloading stiffness.", *J. Mater. Res.*, 2012, 27(1), pp. 214-221.
- [MIKIC 1974] Mikic B. B. et Roca R. T., "Solution to contact of 2 rough spherical surfaces.", *J. of Applied Mechanics-Trans. of the Asme*, 1974, 41, pp. 801-803.
- [MIKRAJUDDIN 1999] Mikrajuddin A. *et al.*, "Size-dependent electrical constriction resistance for contacts of arbitrary size: from Sharvin to Holm limits.", *Mater. Science in Semiconductor Processing*, 1999, 2, pp. 321-327.
- [MINOR 2004] Minor A. M. *et al.*, "Direct observations of incipient plasticity during nanoindentation of Al.", *J. of Mater. Res.*, 2004, 19(1), pp. 176.
- [MINOR 2006] Minor A. M. *et al.*, "A new view of the onset of plasticity during the nanoindentation of aluminium.", *Nature Mater.*, 2006, 5(9), pp. 697.
- [MISHIN 1999] Mishin Y. et Herzig Chr., "Grain boundary diffusion: recent progress and future Res..", *Mater. Science and Engineering*, 1999, A260, pp. 55-71.
- [MODLINSKY 2004] Modlinski R. *et al.* "Creep characterization of Al alloy thin films for use in MEMS applications. *Microelectronic.*", *Eng.*, 2004, 76(1-4), pp. 272-278.
- [MOHAMED 1975] Mohamed H. A. et Washburn J., "Mechanism of solid-state pressure welding.", *Welding J.*, 1975, 54(9), pp. S302-S310.

- [MONTAGNE 2011] Montagne A., "Mécanismes de déformation précédant et accompagnant le phénomène de pop-in lors d'un essai de nanoindentation sur un monocristal d'oxyde de magnésium. ", Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, France, 2011.
- [MOORE 1965] Moore G. E., "Cramming more components onto integrated circuits.", (Reprinted from Electronics, pg 114-117, April 19, 1965). Proc. of the IEEE, 1998, 86(1), pp. 82-85.
- [MORASH 2005] Morash K. R. et Bahr D. F., "Nanomechanical testing for fracture of oxide films.", Journal of materials research , 2005, 20(6), pp. 1490-1497.
- [MORASH 2007] Morash K. R. et Bahr D. F., "An energy method to analyze through thickness thin film fracture during indentation.", Thin Solid Films, 2007, 515(6), pp. 3298-3304.
- [MOUGINOT 1985] Mouginit R. et Maugis D., "Fracture indentation beneath flat and spherical punches.", J. of Mater. Science, 1985, 20(12), pp. 4354-4376.
- [MYSHKIN 2009] Myshkin N. *et al.*, "The Effect of Adhesion on Sliding Friction at Nanoscale.", 3<sup>rd</sup> Vienna Intern. Conf. "Nano-Technology VIENNANO'09". Vienna, Austria.
- [NADAI 1963] Nadai A. I., "Theory of flow and fracture of Solids.", McGraw-Hill, 1950.
- [NIKOLIC 1999] Nikolić B. et Allen P. B., "Electron transport through a circular constriction.", Physical Review B, 1960, 60, pp. 3963.
- [NIX 1989] Nix W. D., "Mechanical properties of thin films.", Metal.I Trans. A, 1989, 20(11), pp .2217-2245.
- [NORBERG 2006] Norberg G. *et al.*, "Contact resistance of thin metal film contacts.", IEEE Trans. on Comp. and Packaging Technologies, 2006, 206(29), pp. 371-378.
- [NOWODZINSKI 2012] Nowodzinski A. *et al.*, "Reliability tests on microinsert die bonding technology.", ISCDG Proc., 2012.
- [NYE 1985] Nye J. F., "Physical Properties of Crystals: Their Representation by Tensors and Matrices.", Clarendon Press, 1985.
- [OHRING 1998] Ohring M., "Reliability and Failure of Electronic Materials and Devices.", Academic Press, 1998.
- [OLIVER 1992] Oliver W. C. et Pharr G. M., "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments." J. of Mater. Res., 1992, 7(6), pp. 1564-1583.
- [OROWAN 1934] Orowan E., Z. Physik A Hadrons and Nuclei, 1934, 89, pp. 605-613, pp. 614-633 et pp. 634-659.
- [PAILLER-MATTEI 2007] Pailler-Mattei C. *et al.*, "In vivo measurements of the elastic mechanical properties of human skin by indentation tests.", Medical Engineering & Physics, 2008, 30, pp. 599-606.
- [PAJARES 1996] Pajares A. *et al.*, "Contact Damage in Plasma-Sprayed Alumina-Based Coatings," J. Am. Ceram. Soc., 1996, 79(7), pp. 1907-1914.
- [PALESKO 2010] Palesko C. A. et Vardaman E. J., "Cost comparison for flip chip, gold wire bond, and copper wire bond packaging.", Electronic Components and Technology Conf. (ECTC), 2010, Proc. 60<sup>th</sup>, pp. 10-13.
- [PANG 2001] Pang M. et Bahr D. F., "Thin-film fracture during nanoindentation of a titanium oxide film-titanium system.", J. of Mater. Res., 2011, 16(9), pp. 2634-2643.
- [PENNEC 2009] Pennec F., "Modélisation du contact métal-métal: application aux microcommutateurs MEMS RF.", Thèse de Doctorat, Université de Toulouse, LAAS-CNRS, 2009.
- [PETCH 1953] Petch N. J., "The cleavage strength of polycrystals.", J. Iron and Steel Institute, 1953, 173, pp. 25-28.
- [PETERSEN 1978] Petersen K. E., "Dynamic Micromechanics on Silicon: Techniques and Devices.", IEEE Trans. on Electron Devices, 1978, 25(10), pp. 1241-1250.

- [PETHICA 1979] Pethica J. et Tabor D., "Contact of characterised metal surfaces at very low loads: Deformation and adhesion.", *Surface Science*, 1979, 89(1), pp. 182-190.
- [PETROVIC 1987] Petrovic J., "Weibull statistical fracture theory for the fracture of ceramics.", *Metallurgical and Mater. Trans. A*, 1987, 18(11), pp. 1829-1834.
- [PHARR 1992] Pharr G. M. *et al.*, "On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation.", *J. Mater. Res.*, 1992, 7(3), pp. 613-617.
- [PHARR 2009] Pharr G. M. *et al.*, "Critical issues in making small-depth mechanical property measurements by nanoindentation with continuous stiffness measurement.", *J. Mater. Res.*, 2009, 24, pp. 653-666.
- [PERRIOT 2004] Perriot A. et Barthel E., "Elastic contact to a coated half-space: Effective elastic modulus and real penetration.", *J. of Mater. Res.*, 2004, 19(2), pp. 600-608.
- [PILLING 1922] Pilling N. B. et Bedworth R. E., "The Oxidation of Metals at High Temperatures.", *J. Inst. Met* 29, 1923, pp. 529-591.
- [PLATZMAN 2008] Platzman I. *et al.*, "Oxidation of Polycrystalline Copper Thin Films at Ambient Conditions.", *J. Phys. Chem. C*, 2008, 112, pp. 1101-1108.
- [POLANYI 1934] Polanyi M., *Z. Physik A Hadrons and Nuclei*, 1934, 89, pp. 660.
- [POUPON 2009] Poupon G. *et al.*, "System on Wafer: A New Silicon Concept in SiP.", *Proc. of the IEEE*, 2009, 97(1), pp. 60-69.
- [QUADE 2000] Quade A. *et al.*, "Investigation of the aluminium oxidation in an oxygen plasma excited by microwaves.", *Thin Solid Films*, 2000, 377-378, pp. 626-630.
- [RAHMOUN 2009] Rahmoun K. *et al.*, "A multilayer model for describing hardness variations of aged porous silicon low dielectric-constant thin films.", *Thin Solid Films*, 2009, 518(1), pp. 213-221.
- [RAUCHS 2011] Rauchs G. et Bardon J., "Identification of elasto-viscoplastic material parameters by indentation testing and combined finite element modelling and numerical optimization.", *Finite Elements in Analysis and Design*, 47(7), pp. 653-667.
- [READ 2002] Read M. B. *et al.* "Mechanical behaviour of Contact Aluminum Alloy.", *MRS Proc.*, 2002, vol. 695.
- [READ 2009] Read M. B. *et al.*, "Contact Resistance in Flat Thin Films.", *Proc. of the 55<sup>th</sup> IEEE Holm Conf. on Electrical Contacts*, 2009, pp. 300-306.
- [RICCARDI 2004] Riccardi B. et Montanari R., "Indentation of metals by a flat-ended cylindrical punch." *Mater. Sc. and Eng. : A*, 2004, 381(1-2), pp. 281-291.
- [RICHTER 2000] Richter A. *et al.*, "Nanoindentation of diamond, graphite, and fullerene films.", *Diamond and Related Mater.*, 2000, 9(2), pp. 170-184.
- [ROESLER 1956] Roesler F. C., "Brittle Fractures near Equilibrium.", *Proc. of the Physical Soc.. Section B*, 1956, 69(10), pp. 981.
- [RUFFEL 2007] Ruffell S. *et al.*, "An in situ electrical measurement technique via a conducting diamond tip for nanoindentation in silicon.", *J. of Mater. Res.*, 2007, 22(3), pp. 578-586.
- [SAHA 2002] Saha R. et Nix W. D. "Effects of the substrate on the determination of thin film mechanical properties by nanoindentation.", *Acta Mater.*, 2002, 50, pp. 23-38.
- [SAHOO\_1 2005] Sahoo P. et Banerjee A., "Asperity interaction in adhesive contact of metallic rough surfaces. *J. of Physics D: Applied Physics*, 2005, 38, pp. 4096.
- [SAHOO\_2 2005] Sahoo P. et Banerjee A., "Asperity interaction in elastic-plastic contact of rough surfaces in presence of adhesion.", *J. of Physics D: Applied Physics*, 2005, 38, pp. 2841.
- [SAINT ANTONIN 1995] Saint Antonin F., "Essais de fluage.", *Techniques de l'ingénieur*, 1995.
- [SAKAI 2010] Sakai M., "Substrate-affected indentation contact parameters of elastoplastic coating/substrate composites.", *Mater. Res. Soc.*, 2009, pp. 831-843.

## Bibliographie

- |                   |  |
|-------------------|--|
| [SARGENT 1986]    | Sargent P. M., "Use of the indentation size effect on microhardness for Mater. characterization.", <i>Microindentation Techniques in Mater. Science and Engineering</i> , 1986, pp. 168-174.                                       |
| [SHARVIN 1965]    | Sharvin Y. V., "A possible method for studying Fermi surfaces.", <i>Soviet Physics JETP-USSR</i> , 1965, 21(3), pp. 655-&.   |
| [SHORSHOROV 1982] | Shorshorov M. K. <i>et al.</i> , <i>Sov. Phys. Dokl.</i> , 1982, 26.   |
| [SIMMONS 1963]    | Simmons J. G., "Generalized Formula for the Electric Tunnel Effect between Similar Electrodes Separated by a Thin Insulating Film.", <i>J. Appl. Phys.</i> , 1963, 34(6), pp. 1793-1803.   |
| [SIRE 2009]       | Sire C., "Propriétés électriques à l'échelle nanométrique des diélectriques dans les structures MIM et MOS. ", <i>Thèse de Doctorat, Université Joseph Fourier, France</i> , 2009.   |
| [SLADE 1999]      | Slade P. G., "Electrical contacts: principles and applications." <i>Marcel Dekker</i> , 1999.  |
| [SMITS 1958]      | Smits F. M., "Measurement of sheet resistivities with the four-point probe.", <i>Bell System Technical J.</i> , 1958, 34, pp. 711-718.   |
| [SNEDDON 1946]    | Sneddon I. N., "Boussinesq's problem for a flat-ended cylinder.", <i>Proc. Cambridge Philosophical Soc.</i> , 1946, 42(1), pp. 29.   |
| [SNEDDON 1948]    | Sneddon I. N., "Boussinesq's problem for a rigid cone.", <i>Proc. of the Cambridge Philosophical Soc.</i> , 1948, 44(4), pp. 492-507.  |
| [SOLIMANE 1994]   | Soliman M. S., "Effect of Cu concentration on the high-temperature creep-behavior of Al-Cu solid-solution alloys.", <i>Mater. Sc. and Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstructure and Processing</i> , 1995, 201(1-2), pp. 111-117. |
| [SOSHNIKOV 2007]  | Soshnikov A. I. <i>et al.</i> , "The measurement of electrical properties of nanostructures with use of conductive diamond tip.", <i>J. of Physics: Conf. Series</i> , 2007, 61(1), pp. 730.                                       |
| [SOURIAU 2011]    | Souriau J. C. <i>et al.</i> , "System-on-Wafer: 2-D and 3-D Technologies for Heterogeneous Systems.", <i>IEEE Trans. on Components Packaging and Manufacturing Technology</i> , 2011, 1(6), pp. 813-824.                           |
| [SOUZA 1999]      | Souza R. M. <i>et al.</i> , "Finite-element modeling of the stresses and fracture during the indentation of hard elastic films on elastic-plastic aluminum substrates.", <i>Thin Solid Films</i> , 1999, 355, pp. 303-310.         |
| [SOUZA 2001_1]    | Souza R. M. <i>et al.</i> , "Finite element modeling of the stresses, fracture and delamination during the indentation of hard elastic films on elastic-plastic soft substrates.", <i>Thin Solid Films</i> , 2001, 392, pp. 65-74. |
| [SOUZA 2001_2]    | Souza R. M. <i>et al.</i> , "Numerical and experimental study of the circular cracks observed at the contact edges of the indentations of coated systems with soft substrates.", <i>Wear</i> , 2001, 251, pp. 1337-1346.           |
| [SRIRAM 2003]     | Sriram K. <i>et al.</i> , "A numerical fracture analysis of indentation into thin hard films on soft substrates.", <i>Eng. Fract. Mech.</i> , 2003, 70(10), pp. 1323-1338.   |
| [STAUFFER 2012]   | Stauffer D. D. <i>et al.</i> , "Plastic response of the native oxide on Cr and Al thin films from in situ conductive nanoindentation.", <i>J. Mater. Res.</i> , 2012, 27(4), pp. 685-693.  |
| [SUO 1990]        | Suo Z. et Hutchinson J. W., "Interface crack between two elastic layers.", <i>Intern. J. of Fracture</i> , 1990, 43(1), pp. 1-18.  |
| [SWIFT 1952]      | Swift H. W., "Plastic instability under plane stress.", <i>J. Mech. Phys. Sol.</i> , 1952, vol. 1, pp. 1-18.   |
| [TABOR 1951]      | Tabor D., "The Hardness of Metals.", <i>Oxford University Press</i> , 1951.  |
| [TAYLOR 1934]     | Taylor G. I., <i>Proc. Roy. Soc.</i> , 1934, A 145, pp. 362.   |

[TERRELL 2009]	Terrel E. J. <i>et al.</i> , "Contact stress analysis of lightly compressed thin films: Modeling and experimentation.", J. Appl. Phys., 2009, 105, 124907.
[THOMAS 1993]	Thomas R. C. <i>et al.</i> , "The Mechanical Response of Gold Substrates Passivated by Self-Assembling Monolayer Films.", Science, 1993, 259(5103), pp. 1883-1885.
[TIMOSHENKO 1959]	Timoshenko S. P. et Woinowsky-Krieger S., "Theory of Plates and Shells.", McGraw-Hill, 1959, 2 <sup>nd</sup> Edition.
[TIMSIT 1980]	Timsit R. S., "Some fundamental properties of aluminum-aluminum electrical contacts.", IEEE Trans. on Comp. Hybrids and Manuf. Tech., 1980, 3(1), pp. 1-79.
[TIMSIT 1983]	Timsit R. S., "On the Evaluation of Contact Temperature from Potential-Drop Measurements.", Components, Hybrids, and Manufacturing Technology, IEEE Trans. on [see also IEEE Trans. on Components, Packaging, and Manufacturing Technology, Part A, B, C], 1983, 6, pp. 115-121.
[TIMSIT 1998]	Timsit R. S., "Electrical contact resistance: Properties of stationary interfaces." IEEE Trans. on Components and Packaging Technologies, 1998, 22(1), pp. 85-98.
[TIMSIT 2008]	Timsit R. S., "Constriction Resistance of Thin Film Contacts.", Proc. of the 54 <sup>th</sup> IEEE Holm Conf. on Electrical Contacts, 2008, pp. 332-336.
[TIMSIT 2010]	Timsit R. S., "Constriction Resistance of Thin Film Contacts.", IEEE Trans. on Components and Packaging Technologies, 2010, 33(3), pp. 636-642.
[TOPSOE 1968]	Topsoe H., "Geometric factor in four point resistivity measurement.", IN DIVISION, S. (Ed.) Bulletin No 472-13, second ed., 1968.
[TRIPP 1967]	Tripp J. H., Snowball R. F. et Williams J. B., "Nature of electrical contact between tarnished surfaces.", J. Appl. Phys., 1967, 38(6), pp. 2439-and.
[TRIPP 2006]	Tripp M. K. <i>et al.</i> , "The mechanical properties of atomic layer deposited alumina for use in micro- and nano-electromechanical systems.", Sensors and Actuators A, 2006, 130-131, pp. 419-429.
[TSUI 1996]	Tsui T. Y. <i>et al.</i> , "Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part I. Experimental studies in an aluminum alloy.", J. of Mater. Res., 1996, 11(3), pp. 752-759.
[TSURU 2006]	Tsuru T. et Shibutani Y., "Atomistic simulations of elastic deformation and dislocation nucleation in Al under indentation-induced stress distribution.", Modelling Simul. Mater. Sci. Eng., 2006, 14, pp. 55-62.
[TYULYUKOVSKIY 2006]	Tyulyukovskiy E. et Huber N., "Identification of viscoplastic material parameters from spherical indentation data: Part I. Neural networks." J. of Mater. Res., 2006, 21(3), pp. 664-676.
[VACHHANI 2013]	Vachhani S. J. <i>et al.</i> , "Effect of the continuous stiffness measurement on the mechanical properties extracted using spherical nanoindentation.", Acta Materialia, 2013, 61, pp. 3744-3751.
[VAIDYA 1981]	Vaidya S. et Sinha A., "Effect of texture and grain structure on electromigration in Al-0.5%Cu thin films.", Thin Solid Films, 1984, 75, pp. 253-259.
[VANIMISSETTI 2006]	Vanisimetti S. K. et Narasimhan R., "A numerical analysis of spherical indentation response of thin hard films on soft substrates.", Intern. J. of Sol. and Structures, 2006, 43, pp. 6180-6193.
[VENKATARAMAN 1993]	Venkataraman S. K. <i>et al.</i> , "Continuous microindentation of passivating surfaces.", J. of Mater. Res., 1993, 8(4), pp. 685-688.
[VOCE 1948]	Voce E., "The relationship between stress and strain for homogenous deformations. J. Inst. Met., 1948, (74), pp. 537-562.
[WEPPELMANN 1996]	Weppelmann E. et Swain M. V., "Investigation of the stresses and stress intensity factors responsible for fracture of thin protective films during ultra-micro indentation tests with spherical indenters.", Thin Solid Films, 1996, 286(1), pp. 111-121.



## Bibliographie

- |                  |   |
|------------------|---|
| [WEXLER 1966]    | Wexler G., "Size effect and non-local Boltzmann transport equation in orifice and disk geometry.", <i>Proc. of the Phys. Soc. of London</i> , 1966, 89(566P), pp. 927-&.  |
| [WITVROUW 1999]  | Witvrouw A. <i>et al.</i> , "Stress relaxation in Al-Cu and Al-Si-Cu thin films.", <i>J. of Mater. Res.</i> , 1999, 14(4), pp. 1246-1254.   |
| [XU 2007]        | Xu B. X. <i>et al.</i> , "Investigation of creep stress characterization of thin film/substrate systems with indentation method.", <i>Materials at High Temperatures</i> , 2007, 24(1), pp. 67-72.                                  |
| [YANG 2007]      | Yang B. et Vehoff H., "Dependence of nanohardness upon indentation size and grain size - A local examination of the interaction between dislocations and grain boundaries.", <i>Acta Mater.</i> , 2007, 55, pp. 849-856.            |
| [YU 1990]        | Yu H. Y. <i>et al.</i> , "The effect of substrate on the elastic properties of films determined by the indentation test - axisymmetric Boussinesq problem.", <i>J. of the Mech. and Phy. of Sol.</i> , 1990, 38(6), pp. 745-764.    |
| [YU 2007]        | Yu H., Mhaisalkar S. G. et Wong E. H., "Evolution of Contact Resistance during the Bonding Process of NCA Flip-Chip Interconnections.", <i>J. of Electronic Mater.</i> , 2007, 36(12), pp. 1719-1723.                               |
| [ZAHOUANI 2001]  | Zahouani H. et Sidoroff F., "Rough surfaces and elasto-plastic contacts.", <i>C. R. Acad. Sci. Paris, t. 2, Série IV</i> , 2001, pp. 709-715.   |
| [ZHANG 2001]     | Zhang G. Q. <i>et al.</i> , "Virtual thermo-mechanical prototyping of electronic packaging - Challenges in material characterization and modeling.", <i>51st Electronic Components &amp; Technology Conf.</i> , 2001, pp. 1479-148. |
| [ZHANG 2003]     | Zhang J. H. <i>et al.</i> , "Contact resistance and adhesion performance of ACF interconnections to aluminum metallization.", <i>Microelectronics Reliability</i> , 2003, 43(8), pp. 1303-1310.                                     |
| [ZHANG_1 2011]   | Zhang P., Lau Y. Y. et Gilgenbach R. M., "Thin film contact resistance with dissimilar materials.", <i>J. Appl. Phys.</i> , 2011, 109(12).  |
| [ZHANG_2 2011]   | Zhang P., Lau Y. Y. et Gilgenbach R. M., "Contact Resistance with Dissimilar materials: Bulk Contacts and Thin Film Contacts.", <i>2011 IEEE 57<sup>th</sup> Holm Conf. on Electrical Contacts (Holm)</i> , 2011.                   |
| [ZHAO_1 2000]    | Zhao Y., Maietta D. M. et Chang L., "An Asperity Microcontact Model Incorporating the Transition From Elastic Deformation to Fully Plastic Flow.", <i>J. of Tribology</i> , 2000, 122, pp. 86-93.                                   |
| [ZHAO_2 2000]    | Zhao J. H. <i>et al.</i> , "Simultaneous measurement of Young's modulus, Poisson ratio, and coefficient of thermal expansion of thin films on substrates.", <i>J. Appl. Phys.</i> , 2000, 87(3), pp. 1575-1577.                     |
| [ZIELINSKI 1993] | Zielinski W. <i>et al.</i> , "Microscopy and microindentation mechanics of single-crystal Fe-3 wt percent-Si. TEM of the indentation plastic zone.", <i>J. of Mater. Res.</i> , 1993, 8(6), pp. 1300-1310.                          |

### Liste des communications relatives à cette thèse

- Communication Orale - « Extraction des propriétés élastiques d'un film mince à partir de mesures expérimentales de nanoindentation réalisées sur des systèmes multicouches. », Mercier D., Mandrillon V., Verdier M. & Bréchet Y., Conférence Matériaux 2010 (Nantes, France, Mai 2011).
- Article - « Extraction des propriétés élastiques d'un film mince à partir de mesures expérimentales de nanoindentation réalisées sur des systèmes multicouches. », D. Mercier, V. Mandrillon, M. Verdier & Y. Bréchet, Matériaux & Techniques, 99, 169-178, (2011). DOI : <http://dx.doi.org/10.1051/mattech/2011029>.
- Poster - « Investigation of the fracture of thin amorphous alumina films during spherical nanoindentation. », Mercier D., Mandrillon V., Verdier M. & Bréchet Y., Parry G., Estevez R. & Maindron T., Conférence "Nanomechanical Testing of Materials Research and Development" (Lanzarote, Spain, Octobre 2011).
- Article - « Investigation of the fracture of thin amorphous alumina films during spherical nanoindentation. », Mercier D., Mandrillon V., Verdier M., Bréchet Y., Parry G., Estevez R. & Maindron T., (en cours de publication).
- Poster - « Analysis of electrical contact resistance establishment between a Ni micro-insert and an Al thin film in flip chip applications. », Mercier D., Mandrillon V., Verdier M. & Bréchet Y., Conférence "Materials for advanced Metallization" (Grenoble, France, Mars 2012).
- Communication Orale - « Quantitative Evolution of Electrical Contact Resistance between Aluminum Thin Films. », Mercier D., Mandrillon V., Verdier M. & Bréchet Y., Conférence IEEE - HOLM 2012 (Portland, USA, Septembre 2012).
- Article - « Quantitative Evolution of Electrical Contact Resistance between Aluminum Thin Films. », D. Mercier, V. Mandrillon, M. Verdier & Y. Bréchet, IEEE 58th Holm Conference on Electrical Contacts, 1-8, (2012). DOI : [10.1109/HOLM.2012.6336550](http://dx.doi.org/10.1109/HOLM.2012.6336550).
- Article - « Determination of the Young's modulus of a TiN thin film by nanoindentation: analytical models and FEM simulation analyses. », H. Isselé, D. Mercier, G. Parry, R. Estevez, L. Vignoud & C. Olagnon, e-Journal of Surface Science and Nanotechnology, 10, 624-629, (2012). DOI : <http://dx.doi.org/10.1380/ejsnt.2012.624>.
- Communication Orale - « Etude de l'établissement du contact électrique entre un micro-insert de Ni et un film d'Al(Cu) par fissuration de l'oxyde natif. », Mercier D., Mandrillon V., Verdier M. & Bréchet Y., Conférence Indentation 2012 (Lyon, France, Octobre 2012).
- Code MATLAB pour l'analyse de résultats obtenus par (nano)indentation avec un indenteur conique sur un échantillon massif ou un échantillon multicouche : <http://www.mathworks.fr/matlabcentral/fileexchange/43392-nanoinddataanalysis>
- Code MATLAB pour l'analyse de la distribution statistique des "pop-in" observés sur les courbes force-déplacement obtenues par (nano)indentation : <http://www.mathworks.fr/matlabcentral/fileexchange/45376-pop-in-analysis-from-indentation-tests>



## Annexes

### A - Profils des contraintes dans un contact sphère-plan [\[JOHNSON 1987\]](#)

Les profils des contraintes obtenus dans le cas d'un contact sphère-plan (théorie de Hertz), entre deux solides élastiques, sans friction, sont donnés :

- à l'intérieur du contact ( $r \leq a_e$ ) en fonction de  $r$  :

$$\frac{\sigma_r}{p_{e,\max}} = \frac{1-2\nu}{3} \left( a^2/r^2 \right) \left\{ 1 - \left( 1 - r^2/a^2 \right)^{3/2} \right\} - \left( 1 - r^2/a^2 \right)^{1/2} \quad \text{A-1}$$

$$\frac{\sigma_\theta}{p_{e,\max}} = -\frac{1-2\nu}{3} \left( a^2/r^2 \right) \left\{ 1 - \left( 1 - r^2/a^2 \right)^{3/2} \right\} - 2\nu \left( 1 - r^2/a^2 \right)^{1/2} \quad \text{A-2}$$

$$\frac{\sigma_z}{p_{e,\max}} = -\left( 1 - r^2/a^2 \right)^{1/2} \quad \text{A-3}$$

- à l'extérieur du contact ( $r \geq a_e$ ) en fonction de  $r$  :

$$\frac{\sigma_r}{p_{e,\max}} = \frac{\sigma_\theta}{p_{e,\max}} = \frac{1-2\nu}{3} \left( a^2/r^2 \right) \quad \text{A-4}$$

- à l'intérieur du contact en fonction de  $z$  :

$$\frac{\sigma_r}{p_{e,\max}} = \frac{\sigma_\theta}{p_{e,\max}} = -(1+\nu) \left\{ 1 - (z/a) \tan^{-1}(a/z) \right\} + \frac{1}{2} \left( 1 + z^2/a^2 \right)^{-1} \quad \text{A-5}$$

$$\frac{\sigma_z}{p_{e,\max}} = -\left( 1 + z^2/a^2 \right)^{-1} \quad \text{A-6}$$

$$\tau_1 = \frac{1}{2} |\sigma_z - \sigma_\theta| \quad \text{A-7}$$

## B - Trajectoires et profils des contraintes principales dans un contact hertzien

Les trajectoires et les profils des contraintes principales pour un contact sphère-plan et un contact cylindre plat-plan sont donnés [Annexe - A \[MOUGINOT 1985\]](#). Les contraintes principales  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  et  $\sigma_3$  sont définies telles que  $\sigma_1 > \sigma_2 > \sigma_3$ , avec  $\sigma_2$  la contrainte circonférentielle (encore appelée « hoop stress » en anglais). Les contraintes principales sont normalisées par rapport à la pression moyenne  $\bar{p}_e$  (notée ici  $p_m$ ). Les distances  $z$  et  $r$  sont normalisées avec le rayon de contact  $a$ . D'autres valeurs très similaires sont obtenues pour les mêmes géométries, avec un coefficient de Poisson de 0,26 [\[FISCHER-CRIPPS 1997\]](#).

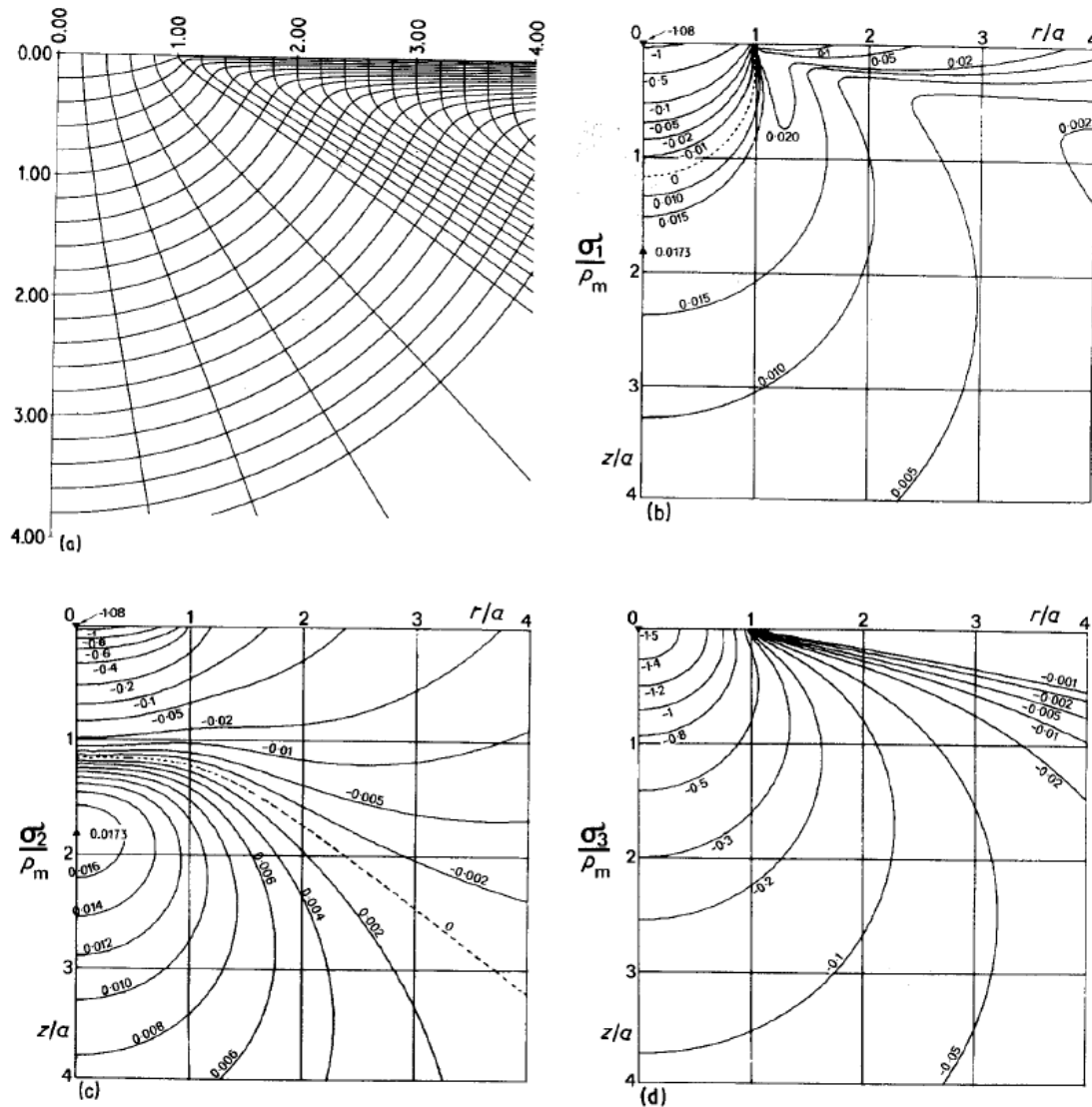


Figure B-1 – Trajectoires des contraintes (a) et profils des contraintes principales réduites (b, c, d), calculés dans le cas d'un contact sphère-plan, avec un coefficient de Poisson de 0,22.

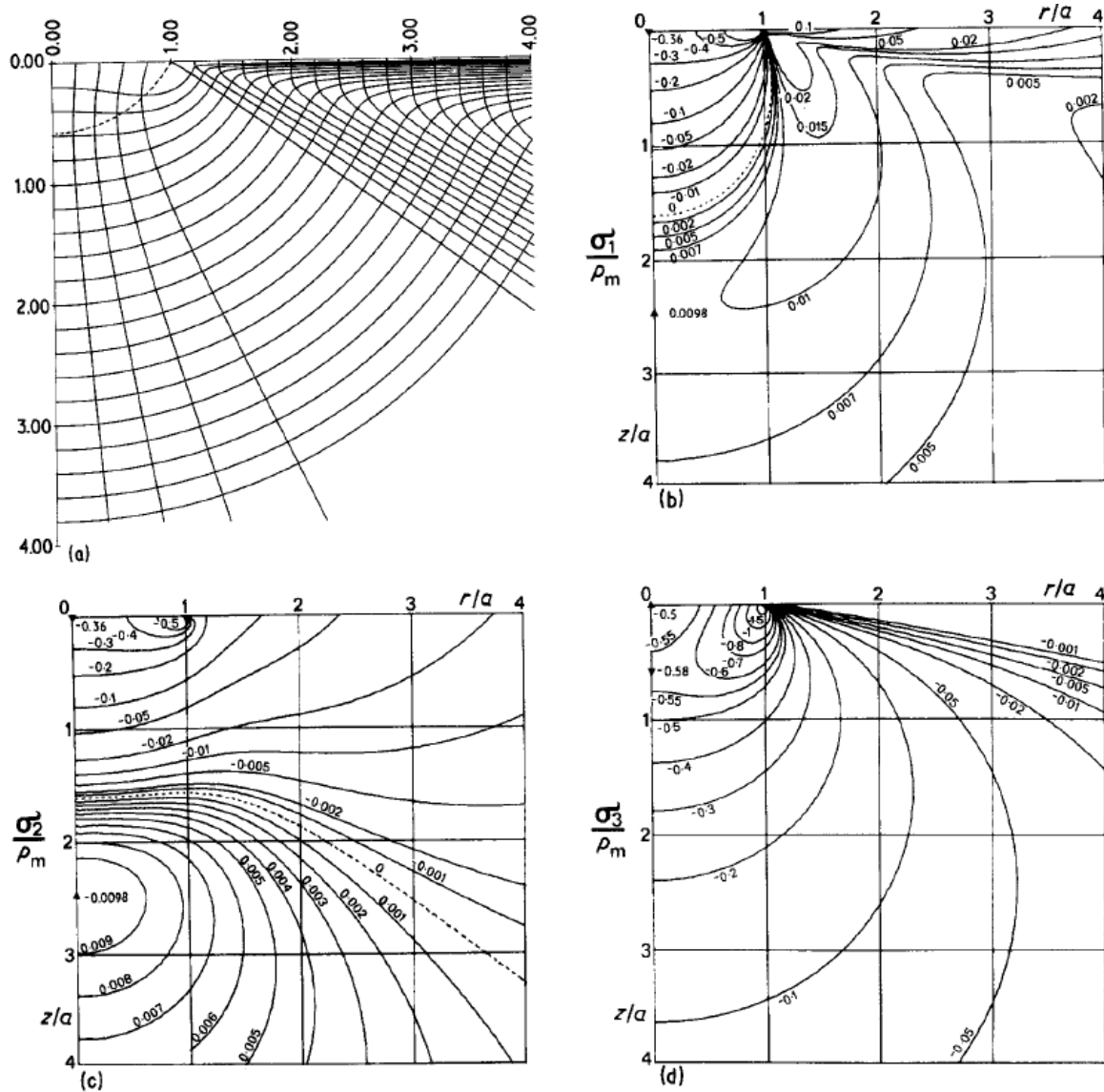


Figure B-2 – Trajectoires des contraintes (a) et profils des contraintes principales réduites (b, c, d), calculés dans le cas d'un contact cylindre plat-plan, avec un coefficient de Poisson de 0,22.

## C – Evaluation de la contribution de la résistance électrique de « spreading »

Cette annexe est un résumé de travaux de [\[MANDRILLON 2012\]](#) sur l'évaluation de la contribution de « spreading » lors de la mesure de résistance électrique de contact entre films minces métalliques en configuration « 4 fils ».

### ○ Configuration du problème

Un montage expérimental traditionnellement utilisé pour réaliser la mesure de résistance électrique de contact entre des matériaux conducteurs consiste à mettre en contact perpendiculairement l'un à l'autre deux barreaux cylindriques, constitués des matériaux à étudier, puis de faire passer un courant électrique  $i$  à travers l'assemblage tout en mesurant la chute de potentiel  $V$  entre les extrémités opposées des deux cylindres schématisés Figure-C-1-a. Il s'agit d'une configuration de mesure de résistance de type « 4 fils » insensible à la chute de potentiel dans les chemins d'amenée et de reprise du courant électrique. La résistance électrique  $R_c$  du spot de contact est alors déterminée par la relation classique :

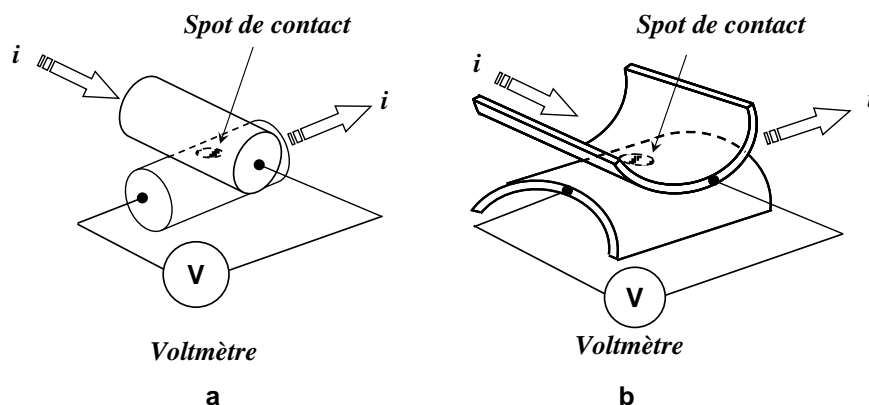
$$R_c = V/I \quad \text{C-1}$$

Et  $R_c$  est assimilée à la résistance de contact en configuration axisymétrique. Dans le cas de la mesure de la résistance électrique de contact entre films minces, la configuration expérimentale choisie est similaire, à la différence près que les films minces métalliques sont déposés sur des cylindres lisses en Silice (cf. Figure-C-1-b). La conduction du courant électrique ne se fait alors plus dans le volume du cylindre, mais en surface de celui-ci.

Expérimentalement, aux fortes forces d'appui et pour deux cylindres de Silice recouverts d'un film mince d'Or, la résistance mesurée en méthode « 4 fils » ne tend pas vers une valeur nulle mais tend vers une valeur de l'ordre de grandeur de la résistance de couche du film mince notée  $R_{carré}$  et définie par :

$$R_{carré} = \rho/t \quad \text{C-2}$$

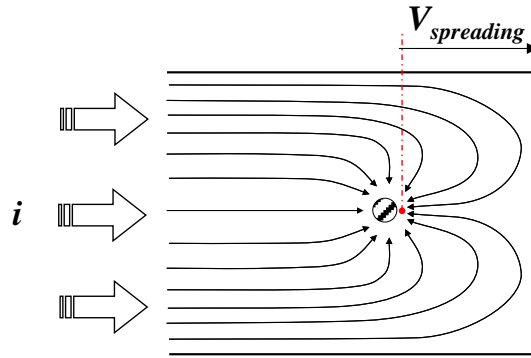
avec  $t$  épaisseur du film mince et  $\rho$  la résistivité du matériau composant le film mince. Cette grandeur correspond à la résistance d'un élément de couche de forme carrée et est indépendante de la taille de cet élément.



**Figure C-1 – a) Configuration standard de mesure de résistance de contact entre cylindres métalliques massifs et b) configuration utilisée pour la mesure de résistance de contact entre films minces métalliques déposés sur des barreaux cylindriques isolants (Silice).**

Intuitivement, il est raisonnable de penser que cet effet est dû au confinement des lignes de courant dans le plan du film, obligeant le courant à contourner le spot de contact dans la partie du

film mince opposée à l'amenée de courant et où est réalisée la mesure de potentiel électrique (cf. Figure-C-2). Il s'agit de l'étalement des lignes de courant, désigné par le terme « spreading ».



**Figure C-2 – Etalement (« spreading ») des lignes de courant à l'approche du spot de contact dans le cas du film mince.**

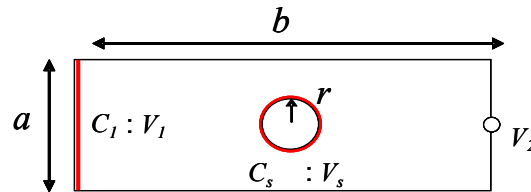
Lors de la mesure de résistance de contact, la chute de potentiel  $V_{spreading}$  correspondante est ajoutée à la chute de potentiel dans le contact lui-même, ajoutant un décalage à la valeur de la résistance intrinsèque du contact :

$$R_{mesurée} = \frac{\Delta V}{i} = \frac{\Delta V_{contact} + 2V_{spreading}}{i} = R_{contact} + 2R_{spreading} \quad \text{C-3}$$

Le but de cette étude est de déterminer la valeur de  $R_{spreading}$  en fonction de la géométrie des échantillons. Pour cela, une étude par calcul en éléments finis est réalisée sur un problème simplifié.

- Evaluation de l'erreur par calcul en éléments finis

Il s'agit de résoudre l'équation de Laplace du potentiel électrique en deux dimensions pour la géométrie suivante :



**Figure C-3 – Géométrie et conditions aux limites du problème.**

Le film mince a une largeur  $a$ , une longueur  $b$  et  $r$  est le rayon du spot de contact. Les conditions aux limites choisies sont un potentiel constant  $V_1$  le long du côté  $C_1$  (arrivée du courant  $i$ ) et un potentiel  $V_s$  constant sur le pourtour du spot de contact  $C_s$ . Le courant  $i$  est alors déduit de  $V_1$  par la relation :

$$i = -\frac{t}{\rho} \int_{C_1} \vec{\nabla} V_1 \quad \text{C-4}$$

La résistance de « spreading », notée  $R_{spreading}$  au point de mesure  $P_2$ , est définie par :

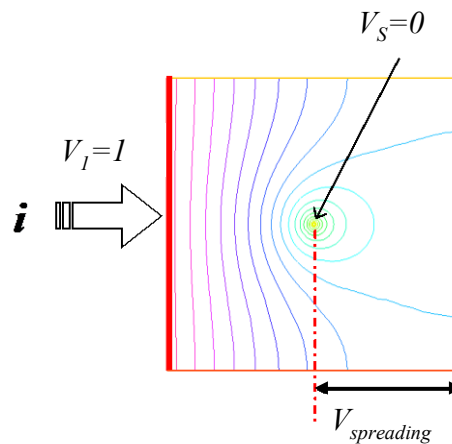
$$R_{spreading} = \frac{V_2 - V_s}{i} = \frac{V_2 - V_s}{-\frac{t}{\rho} \int_{C_1} \vec{\nabla} V_1} \quad \text{C-5}$$



Soit :

$$\frac{R_{spreading}}{R_{carré}} = \frac{V_2 - V_S}{-\int_{C_1} \vec{\nabla} V_1} \quad \text{C-6}$$

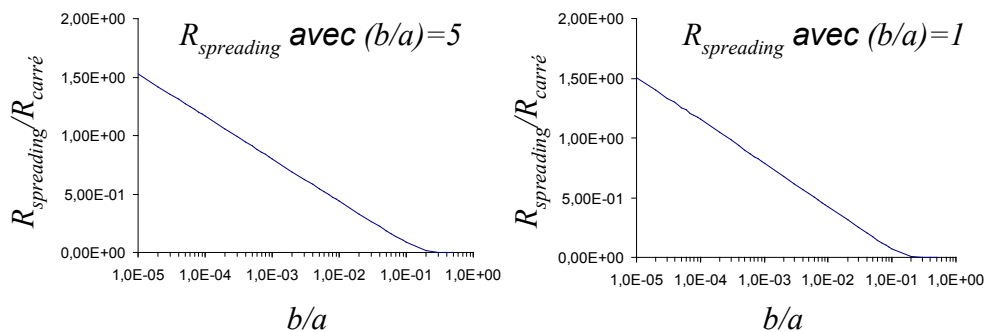
L'équation de Laplace étant linéaire, cette dernière relation correspond à une formulation adimensionnelle du problème et montre que la valeur est bien indépendante des valeurs de  $V_1$  et  $V_S$ . L'étude en éléments finis est donc menée sous forme adimensionnelle avec  $V_1 = 1$  et  $V_S = 0$  pour des valeurs des rapports  $b/a$  allant de 1 à 20 et  $r/a$  de  $10^{-5}$  à 0,5. Les calculs montrent bien l'existence de l'effet de « spreading » comme l'illustre la représentation des équipotentielles présentée Figure-C-4.



**Figure C-4 – Répartition des équipotentielles pour  $b/a = 1$  et  $r/a = 0,01$ .**

Pour tous les rapports de  $b/a$  et pour  $r/a < 0,05$ , l'évolution de (C-6) est correctement décrite par une relation de la forme :

$$\frac{R_{spreading}}{R_{carré}} = A \cdot \ln\left(\frac{r}{a}\right) + B \quad \text{C-7}$$



**Figure C-5 – Représentation en échelle logarithmique de l'évolution de  $R_{spreading}$  en fonction du rapport  $r/a$ .**

Cette relation correspond à la partie linéaire de la représentation en échelle logarithmique de l'évolution de  $R_{spreading}$  en fonction du rapport  $r/a$  présentée Figure-C-5. La valeur trouvée pour les coefficients  $A$  et  $B$  est sensiblement constante pour les valeurs de  $b/a$  allant de 1 à 20 (cf. Figure-C-6), avec  $A \approx -0,157$  et  $B \approx -0,294$ .

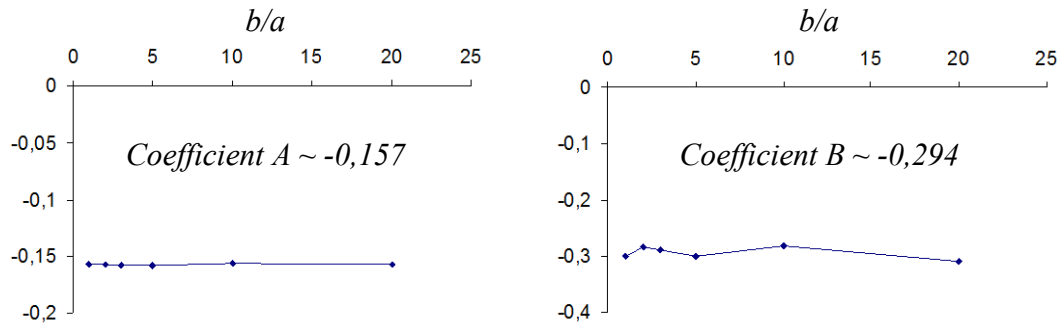


Figure C-6 – Evolutions des coefficients de l'équation C-7, en fonction de  $b/a$ .

Pour les valeurs de  $r/a$  comprises entre 0,05 et 0,5, le rapport tend vers 0 rapidement (cf. Figure-C-7) de manière comparable au rapport obtenu pour les différentes valeurs de  $b/a$ . Par exemple, en moyenne, pour  $r/a = 0,05$ ,  $R_{spreading}/R_{carré} = 0,18$  et pour  $r/a = 0,3$ ,  $R_{spreading}/R_{carré} = 9 \cdot 10^{-4}$ .

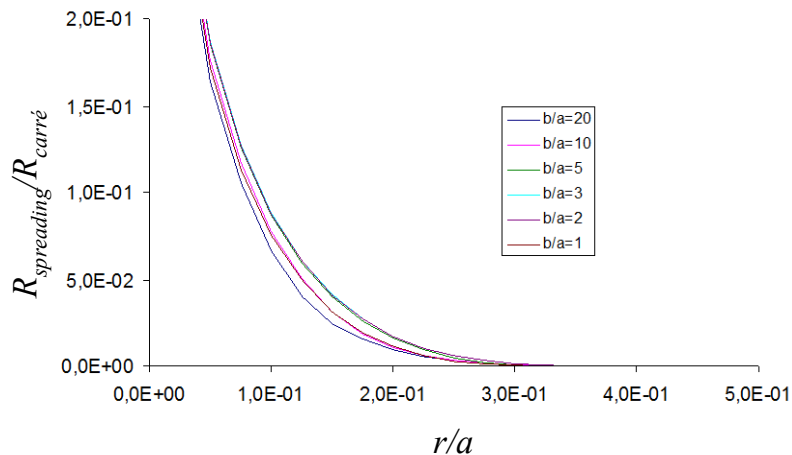


Figure C-7 – Evolution de  $R_{spreading}$  pour les grands rayons de contact :  $r/a > 0,05$ .

#### ○ Conclusion

En configuration « 4 fils », deux types de géométries sont en pratique utilisés pour les mesures de résistance électrique de contact sur des films minces métalliques :

- A l'échelle macroscopique, les barreaux de Silice utilisés ont une surface développée d'une largeur de 1cm et le rayon du spot de contact apparent varie de  $1\mu\text{m}$  à  $100\mu\text{m}$ . Le rapport  $r/a$  alors de  $10^{-4}$  à  $10^{-2}$ . L'erreur faite lors de la mesure de résistance de contact en mode « 4 fils » est alors égale au double de  $R_{spreading}$  (car il y a deux barreaux), soit une erreur allant de  $2,3 R_{carré}$  à  $0,8 R_{carré}$ .

- A petite échelle, ce sont des « bumps » micro-usinés dans des barrettes de Silicium de 3mm de largeur qui sont utilisés. Le diamètre du spot de contact varie de  $0,5$  à  $5\mu\text{m}$ , soit un rapport  $r/a$  allant de  $3,3 \cdot 10^{-3}$  à  $3,3 \cdot 10^{-2}$ . L'erreur faite lors de la mesure varie cette fois-ci de  $2,1 R_{carré}$  à  $1,4 R_{carré}$ .

**D – Bilan des modèles électriques**

- Contact métal-métal avec un seul spot de contact

Mode de conduction	Modèles à utiliser	Références
Diffusif ( $K \ll 1$ )	$R_{C(M)} = \frac{\rho}{2a_c}$	<a href="#">[HOLM 1999]</a>
Quasi-balistique ( $K \approx 1$ )	$R_W = R_S + \gamma(K)R_{C(M)}$ avec $\gamma(K) \approx 2\pi \int e^{-Kx} \sin c(x) dx$	<a href="#">[WEXLER 1966]</a>
	$R_N = R_S + \gamma(K)R_{C(M)} = \frac{4\rho K}{3\pi a_c} + \frac{1+0,83K}{1+1,33K} \frac{\rho}{2a_c}$	<a href="#">[NIKOLIC 1999]</a>
Balistique ( $K > 1$ )	$R_S = \frac{4\rho K}{3\pi a_c}$	<a href="#">[SHARVIN 1965]</a>

- Contact métal-métal multi-spots de contact

Diamètres des spots de contact	Modèles à utiliser	Références
Spots de même diamètre	$R_{c,H} = \rho \left( \frac{1}{2na_c} + \frac{1}{2R} \right)$	<a href="#">[HOLM 1999]</a>
Spots de diamètres différents	$R_{c,G1} = \frac{\rho}{2 \sum a_{c,i}} + \frac{\rho}{\pi} \frac{1}{\left( \sum a_{c,i} \right)^2} \sum_{i \neq j} \sum \frac{a_{c,i} a_{c,j}}{d_{ij}}$	<a href="#">[GREENWOOD 2 1966]</a>

- Cas du film mince métallique

Résistances électriques	Modèles à utiliser	Références
Résistance de « spreading »	$R_{spreading} = K.R_{carré} = K \cdot \frac{\rho}{t}$	<a href="#">[SMITS 1958]</a> et <a href="#">[TOPSOE 1968]</a>
Résistance de « crowding »	$R_C = \frac{R_{spreading,1} + R_{spreading,2}}{2a} \frac{I_0 \left( \frac{a}{L} \right)}{I_0' \left( \frac{a}{L} \right)}$ avec $L = \sqrt{\frac{P_{c01} + P_{c12} + \rho_1 t_1}{R_{film0} + R_{film2}}}$	<a href="#">[ALLEN 1991]</a>

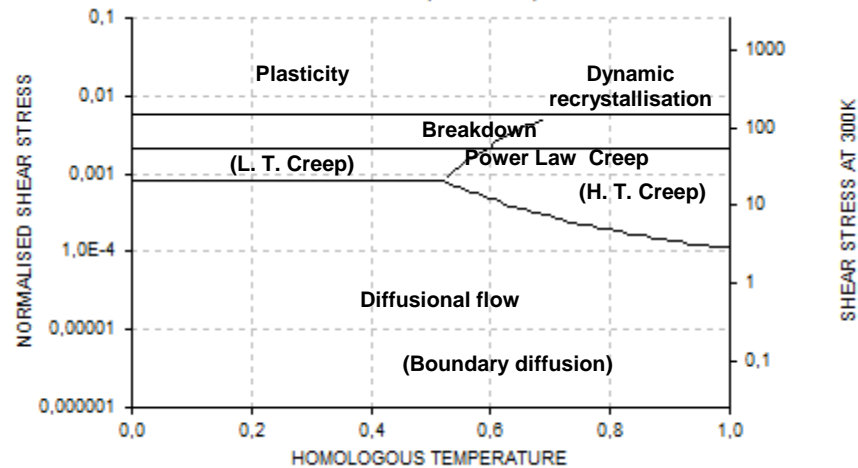
- Contact métal-isolant-métal

Mode de conduction	Modèles à utiliser	Références
Effet tunnel – Faibles forces	$R_{film} = \frac{t}{\pi a_c^2} \left( \frac{h}{e} \right)^2 \left[ \frac{2}{3\sqrt{2m_e \Phi}} \right] \exp \left[ \frac{4\pi}{h} \sqrt{2m_e \Phi} \right]$	<a href="#">[SIMMONS 1963]</a>
Contact métallique – Fortes forces	Voir les modèles pour un contact métal-métal avec un seul spot ou multi-spots de contact	<a href="#">[SLADE 1999]</a>

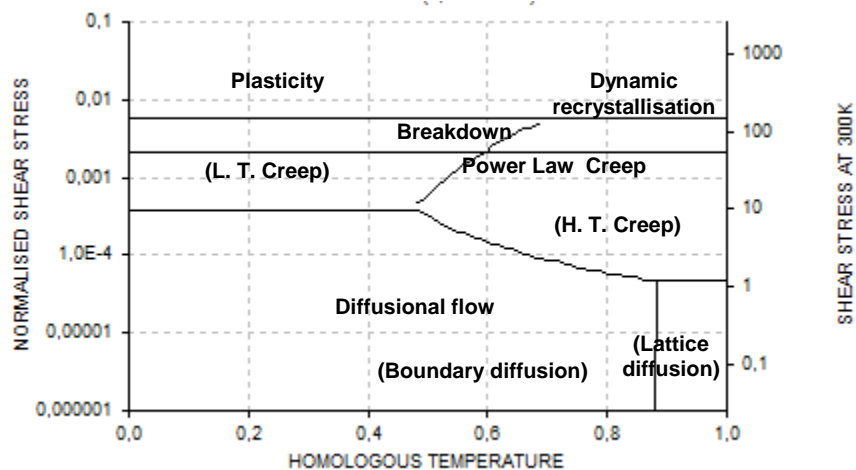
## E – Construction des cartes de déformation de Frost-Ashby pour l'Aluminium

Les cartes sont tracées à l'aide du logiciel « maps » (version démo 1.0), développé par Charlotte Caudrelier du SIMaP, en fonction de la taille de grain calculée à l'aide de mesures AFM (cf. § IV.1.1.2). Les propriétés de l'Aluminium utilisées dans notre cas sont celles fournies par [FROST 1982](#) pour un matériau massif.

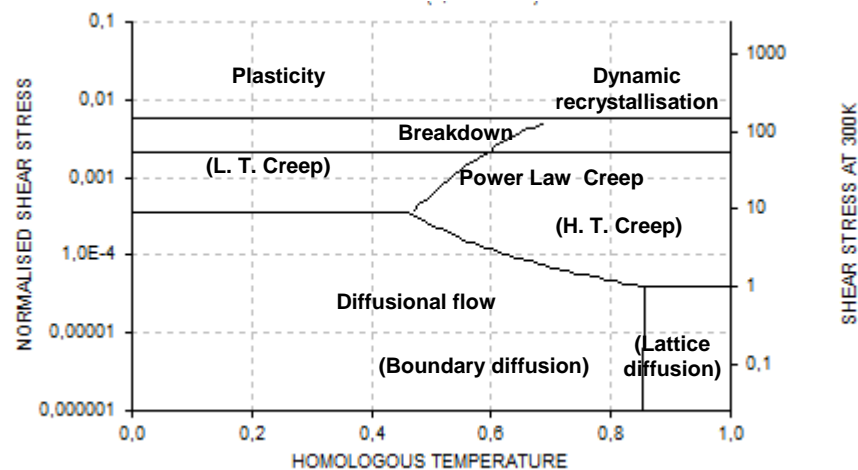
- Al pur massif – Taille de grain de 1,2µm



- Al pur massif – Taille de grain de 4,5µm



- Al pur massif – Taille de grain de 5,8µm



## F – Remarques sur l'influence des contraintes résiduelles lors d'un essai d'indentation

De nombreux auteurs ont mis en évidence l'influence des contraintes résiduelles sur la courbe force-profondeur de pénétration et sur la topologie du contact (aire de contact entre l'indenteur et le matériau) obtenues lors d'un essai d'indentation [TSUI 1996], [BOLSHAKOV 1996], [LEE 2003], [LEE 2004], et [HUBER 2008], du fait que ces contraintes résiduelles s'ajoutent au champ de contrainte d'indentation appliqué au matériau. Par exemple, une force plus importante doit être appliquée au matériau avec des contraintes résiduelles compressives, comparativement à un matériau sans contrainte ou avec des contraintes résiduelles tensives, pour être à un même enfoncement [MADY 2012]. Ainsi, les valeurs de module d'Young et de dureté calculées avec le modèle « classique » d'Oliver et Pharr (cf. Equation III-4), lequel ne prend pas en compte la présence de contraintes résiduelles, peuvent être sous- ou surestimées selon la nature de ces contraintes (tension ou compression) présentes dans le matériau étudié (cf. Figure F-1).

Par ailleurs, d'autres auteurs en cherchant à quantifier ces contraintes résiduelles lors d'essais d'indentation, ont mis en évidence, la difficulté à découpler l'effet des contraintes résiduelles avec celui du confinement par le substrat dans le cas d'un film mince, ou encore la difficulté à avoir des échantillons de référence, n'ayant aucune contrainte résiduelle [LEPIENSKI 2004] et [MADY 2012].

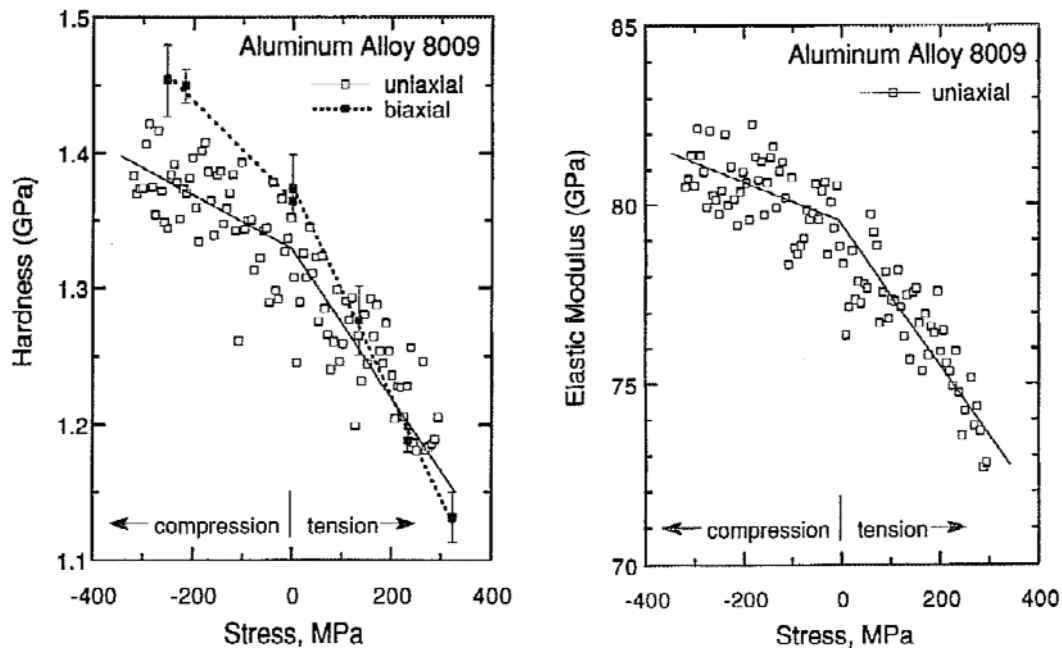


Figure F-1 – Dureté et module d'Young d'un alliage d'Aluminium, calculés avec le modèle d'Oliver et Pharr, à partir d'essais d'indentation obtenus pour un échantillon massif selon différents états de contraintes [TSUI 1996].

### G – Modèle bicouche élastique de Hay *et al.*

Le modèle analytique de Hay *et al.* permet de corriger l'influence du substrat lors de l'évaluation du module d'Young d'un film mince  $E_f$  [HAY 2011]. Ce modèle récent a montré à l'aide d'une analyse numérique sa capacité à prédire avec une grande précision la réponse élastique d'un système bicouche, pour une gamme de rapports de module d'Young du film mince sur module d'Young du substrat comprise entre 0,1 et 10. Ce modèle peut alors être appliqué dans le cas d'un film rigide sur substrat souple et inversement dans le cas d'un film mince souple sur un substrat rigide. Le modèle de Hay *et al.* repose principalement sur l'hypothèse phénoménologique que le film peut jouer le rôle d'un ressort en parallèle avec le substrat (cf. Figure G-1).

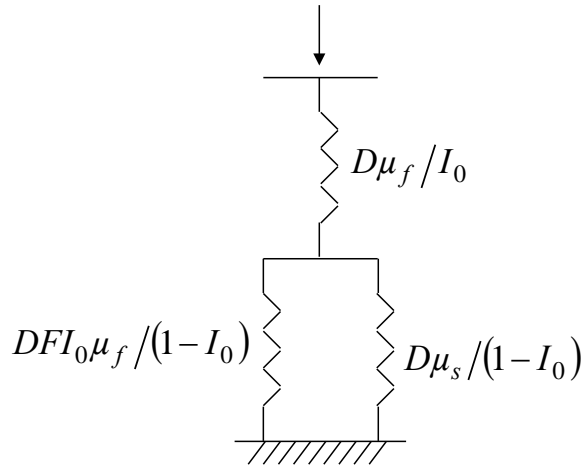


Figure G-1 – Schématisation du modèle de [HAY 2011], permettant au film d'agir en série et en parallèle avec le substrat.

Ce jeu de ressorts en parallèle peut alors être traité en additionnant les raideurs respectives de chaque ressort. Ainsi, le modèle de Hay *et al.* est décrit à l'aide du jeu d'équations suivant, des fonctions  $I_0$  et  $I_1$  définies par [GAO 1992] et de la constante empirique  $F$  de 0,0626 déterminée par Hay *et al.* :

$$\frac{1}{\mu_{\text{eq}}} = (1 - I_0) \frac{1}{\mu_s + FI_0\mu_s} + I_0 \frac{1}{\mu_f} \quad \text{G-1}$$

$$\mu_{\text{eq}} = \frac{E_{\text{eq}}}{2(1 + \nu_{\text{eq}})} \quad \text{et} \quad \mu_s = \frac{E_s}{2(1 + \nu_s)} \quad \text{G-2}$$

$$\nu_{\text{eq}} = 1 - \left[ \frac{(1 - \nu_s)(1 - \nu_f)}{1 - (1 - I_1)\nu_f - I_1\nu_s} \right] \quad \text{G-3}$$

$$\mu_f = \frac{-B + \sqrt{B^2 - 4AC}}{2A} \quad \text{avec} \quad A = FI_0 \quad \text{G-4}$$

$$B = \mu_s - (FI_0^2 - I_0 + 1)\mu_{\text{eq}} \quad \text{G-5}$$

$$C = -I_0\mu_{\text{eq}}\mu_s \quad \text{G-6}$$

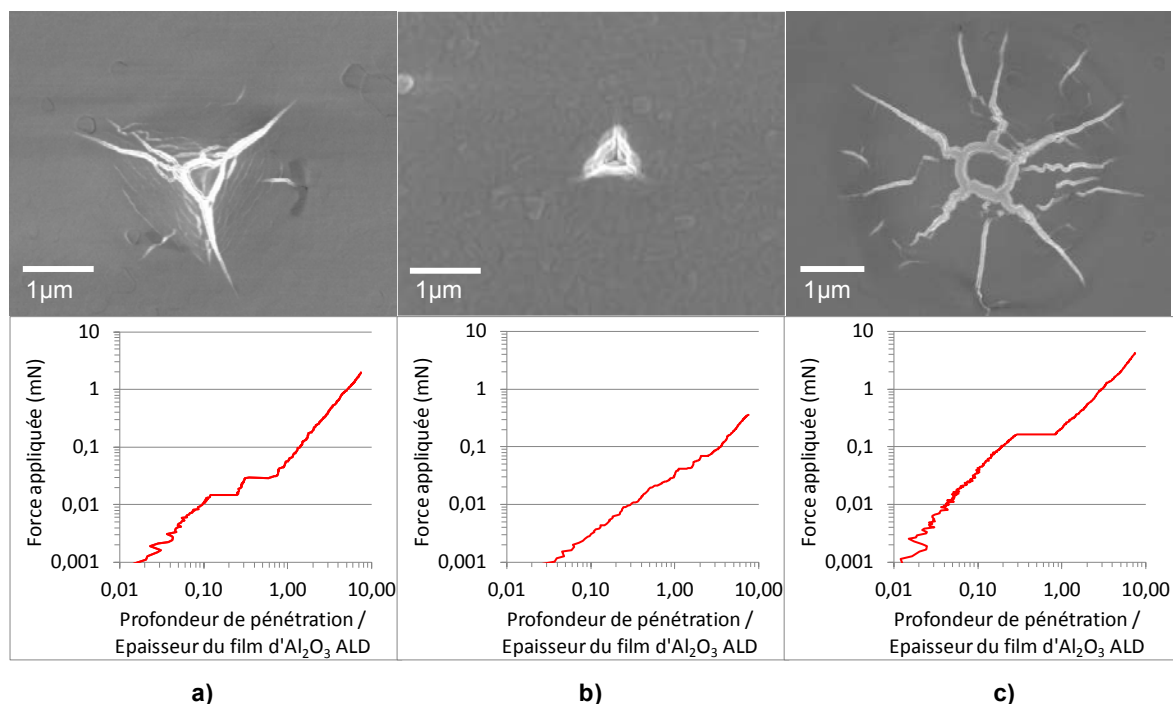
$$E_f = 2\mu_f(1 + \nu_f) \quad \text{G-7}$$

## H – Choix de l'indenteur pour l'étude de la fissuration de l'Alumine

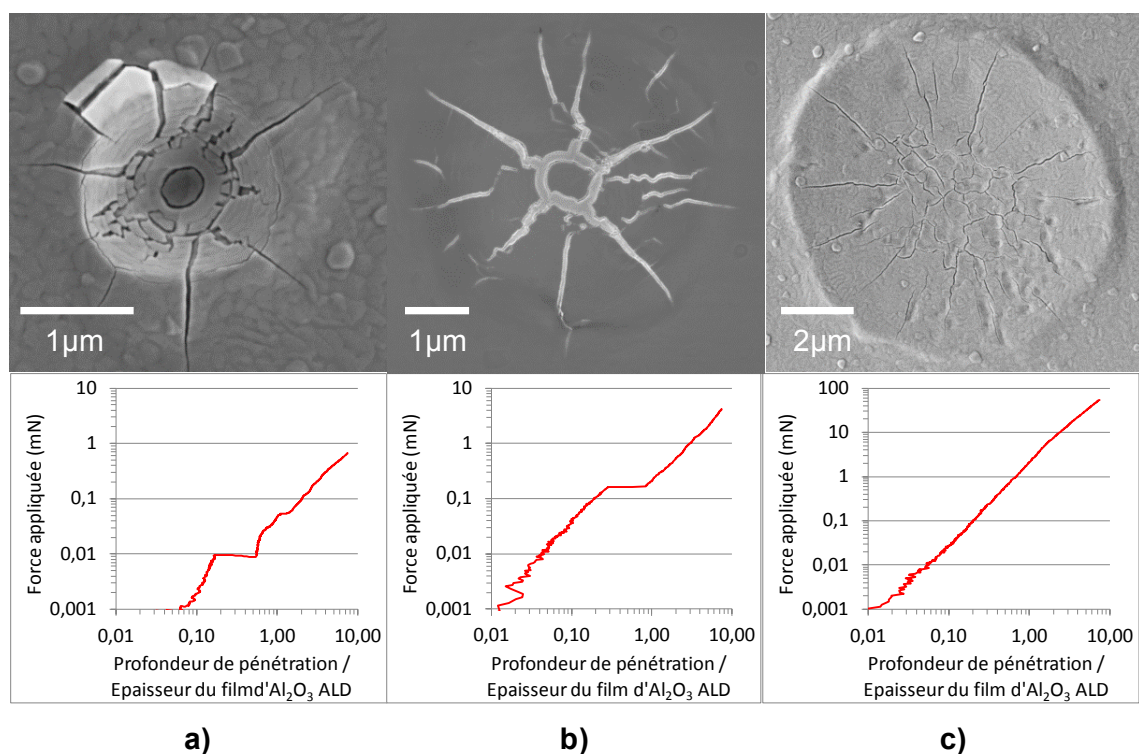
Selon Fischer-Cripps les indenteurs Vickers, Berkovich ou encore Knoop sont adaptés pour la caractérisation des matériaux fragiles [FISCHER-CRIPPS 2 2004], mais la fracture hertzienne présente de nombreux avantages, comme par exemple de pouvoir comparer facilement les résultats expérimentaux à des simulations en éléments finis. Ainsi, on trouve dans la littérature de nombreuses études sur la fissuration d'un film fragile sur un substrat élastoplastique à l'aide d'un indenteur Berkovich, avec [CHECHENIN 1995] et [BAHR 2003], mais aussi à l'aide d'indenteurs sphériques, avec [WEPPELMANN 1996] et [PAJARES 1996]. Dans l'étude de [BAHR 2003], des « pop-in » avaient été observés lors de chargement avec un indenteur Berkovich, uniquement dans le cas d'un oxyde thermique (épais de 120nm) sur un substrat massif d'Aluminium, mais aucun dans le cas d'un oxyde thermique (épais de 60nm) sur un film mince d'Aluminium PVD épais de 1µm.

Afin de déterminer quel type d'indenteur est le plus adapté pour mettre en évidence la fissuration de l'Alumine ALD, des essais d'indentation sont réalisés jusqu'à une profondeur de 400nm, selon le protocole décrit dans le § IV.1.2.1, avec un indenteur Berkovich (cf. Figure H-1-a), un indenteur coin-cube (cf. Figure H-1-b), et un indenteur sphérique de rayon 5µm (cf. Figure H-1-c), tous en diamant. Il semble à la vue des courbes force-profondeur de pénétration et des observations des indents résiduels au MEB, que la fissuration par indentation sphérique soit la plus adaptée (un seul « pop-in » sur la courbe force-profondeur de pénétration et des fissures reproductibles).

Toutefois, [WEPPELMANN 1996] a mis en évidence l'influence du rapport  $R/t$  ( $R$  étant le rayon de l'indenteur sphérique et  $t$  l'épaisseur du film fragile), sur les mécanismes de fissuration et l'extraction de propriétés mécaniques du film mince fragile. Dans leur travail, Weppelmann et Swain n'ont fait varier que l'épaisseur du film mince fragile pour avoir des rapports  $R/t$  compris entre 0,67 et 20. Dans cette thèse, trois indenteurs sphériques de rayons respectifs 0,45, 5 et 50µm sont utilisés dans un premier temps, avec le film d'Alumine ALD amorphe épais de 40nm (ce qui donne des rapports  $R/t$  de valeurs respectives 11, 25, 125 et 1250). Selon le même protocole que celui décrit dans le § IV.1.2.1, des essais d'indentation sphérique avec ces trois indenteurs sont réalisés (cf. Figure H-2). Des « pop-in » de très faibles amplitudes sont observés avec l'indenteur de rayon 50µm et l'observation MEB révèle un réseau de fissures (ou « mud cracking » en anglais) difficilement exploitable (cf. Figure H-2-c). C'est pourquoi, seuls les indenteurs sphériques de rayons 0,45 et 5µm sont retenus pour l'étude de la fissuration de l'Alumine par essai d'indentation.



**Figure H-1 – Observations MEB (électrons rétrodiffusés) d'indents profonds de 300nm dans un échantillon de 40nm d'Alumine ALD, avec les courbes force-profondeur de pénétration respectives, obtenues pour 3 types d'indenteurs : a) indenteur Berkovich, b) indenteur coin-cube et c) indenteur sphérique de rayon 5μm.**



**Figure H-2 – Observations MEB (électrons rétrodiffusés) d'indents profonds de 300nm dans un film mince d'Alumine ALD d'épaisseur  $t = 40\text{nm}$ , avec les courbes force-profondeur de pénétration, obtenues avec 3 types d'indenteurs sphériques de rayons ( $R$ ) respectifs : a)  $0,45\mu\text{m}$  ( $R/t = 11,25$ ), b)  $5\mu\text{m}$  ( $R/t = 125$ ) et c)  $50\mu\text{m}$  ( $R/t = 1250$ ).**



## I – Essai de microinsertion avec un indenteur rigide

L'essai de microinsertion avec un poinçon plat rigide doit permettre de valider les lois d'érouissage des films minces d'Al(Cu) obtenues dans le chapitre IV. Pour cela, un indenteur en diamant d'un diamètre équivalent de  $20\mu\text{m}$  est utilisé (cf. Figure I-1). Pour commencer, une première série d'insertion est effectuée avec une pression maximale appliquée de 3GPa en l'absence du mode CSM, avec l'échantillon B d'Al(Cu) de moyenne taille de grain. Les étapes de charge et décharge durent 60s chacune et aucun palier à force maximale n'est programmé. Les empreintes résiduelles obtenues sont ensuite caractérisées à l'AFM et des profils des bourrelets d'Al(Cu) peuvent être mesurés (cf. Figure I-2). La hauteur mesurée du bourrelet d'Al(Cu) n'est pas homogène sur le pourtour de l'empreinte (199nm, 222nm, 350nm et 412nm), ce qui correspond à un mauvais parallélisme entre le poinçon plat et le film d'Al(Cu). Rappelons que l'objectif de cette partie est de valider au travers de simulations numériques le comportement plastique de l'Al(Cu), lors d'un essai de microinsertion avec un poinçon plat rigide. Pour cela, il faudrait réaliser une modélisation tridimensionnelle de l'essai d'insertion, afin de prendre en compte le désalignement. Or, d'une part l'angle entre le poinçon plat et le film d'Al(Cu) n'est pas évident à déterminer et d'autre part, la modélisation numérique tridimensionnelle avec contact est lourde, ce qui rend l'utilisation de la méthode des éléments finis complexe à mettre en œuvre.

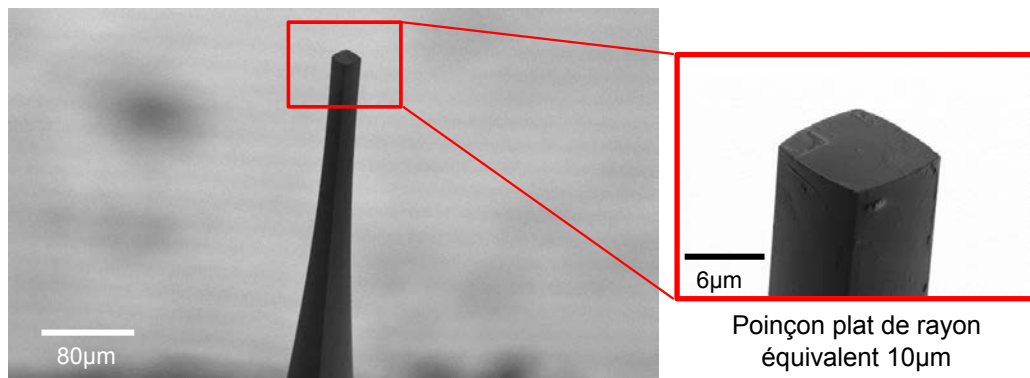


Figure I-1 – Observation au MEB d'un poinçon plat en diamant de rayon équivalent  $10\mu\text{m}$ .

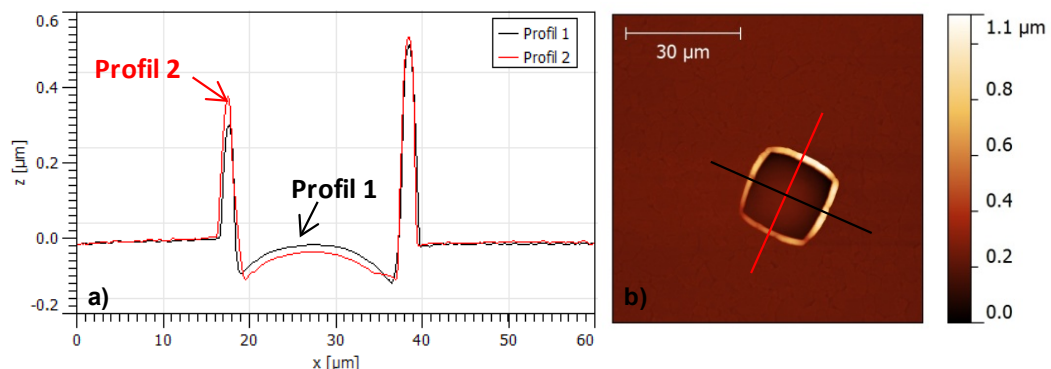


Figure I-2 – a) Différents profils de l'empreinte résiduelle et b) l'observation à l'AFM de l'indent résiduel obtenu avec le poinçon plat dans le film d'Al(Cu) de taille de grain  $4,5\mu\text{m}$  et pour une pression maximale de 3GPa.

## J – Pistes pour l'amélioration du procédé de report de puces

Des règles de dimensionnement sont élaborées pour l'essai de microinsertion dans cette dernière partie, à partir de l'ensemble des résultats obtenus dans les chapitres IV et V. Un bilan est dressé sur les matériaux (dureté, résistivité...) et sur la géométrie du contact (hauteur et diamètre du microinsert, épaisseur du film d'Al(Cu)...), afin de proposer des solutions pour optimiser le procédé de microinsertion (par exemple, la diminution de la pression à appliquer...) et les performances du contact ainsi réalisé (par exemple, la diminution de la résistance électrique de contact...).

### J.1) Matériaux de contact

La sélection des matériaux est une étape indispensable dans l'innovation et l'optimisation des performances et de la qualité d'un produit. Cette sélection revient à choisir un matériau ayant des propriétés (mécaniques, thermiques, électriques, magnétiques....) permettant de répondre au cahier des charges de l'application finale. Or, les propriétés d'un matériau sont intimement liées à sa composition et sa microstructure (structure cristalline, taille de grain...) et donc au procédé d'élaboration (pression et température, voie chimique ou physique...) [BRECHET 2001]. En ce qui concerne le procédé de microinsertion, un coût faible et une facilité de mise en œuvre sont des critères primordiaux, pour la sélection des matériaux. De plus, il est important de diminuer la pression appliquée lors de l'étape de thermocompression, afin de ne pas endommager les puces, tout en établissant un contact électrique performant (faible résistance électrique de contact). Rappelons que la pression actuelle utilisée pour l'étape de thermocompression est de 3,2GPa par microinsert. Finalement, étant donné qu'il est difficile de répondre simultanément à toutes ces requêtes, des diagrammes de sélection des matériaux, élaborés en s'inspirant des travaux d'Ashby, sont utilisés afin de trouver des compromis.

#### J.1.1) Choix du matériau pour le pad de connexion métallique

Les fonderies dans l'industrie microélectronique apprécient particulièrement l'Aluminium ou les alliages d'Aluminium, pour l'élaboration des pads de connexions électriques, étant donné que c'est un matériau peu coûteux, facile à mettre en œuvre, et présentant à la fois une faible résistivité électrique et une faible dureté. Le principal défaut avec ce type de matériau, est la présence d'un oxyde natif très résistif, limitant la formation du contact électrique. D'autres matériaux nobles comme l'Or ou l'Argent seraient potentiellement des solutions, mais leurs utilisations restent utopiques, vu leurs coûts importants. Ces matériaux nobles ne peuvent donc pas être retenus pour l'élaboration du pad métallique en soi, mais un empilement de films minces de type Au/Al(Cu) pourrait être envisagé. En réalisant par exemple, ce type de multicouche avec un film d'Or de quelques nanomètres d'épaisseur, dans le même bâti de dépôt (autrement dit dans le vide ou en atmosphère contrôlée), la formation d'un oxyde natif à la surface de l'Al(Cu) serait évitée et le coût de fabrication peu affecté. Toutefois, cette solution nécessite la présence d'un film barrière entre l'Au et l'Al(Cu), afin d'éviter la diffusion de l'Au dans l'Al(Cu), entraînant la formation de l'intermétallique AuAl<sub>2</sub> (communément appelé « peste pourpre »), pouvant créer la défaillance du contact (création de vides, délamination...).

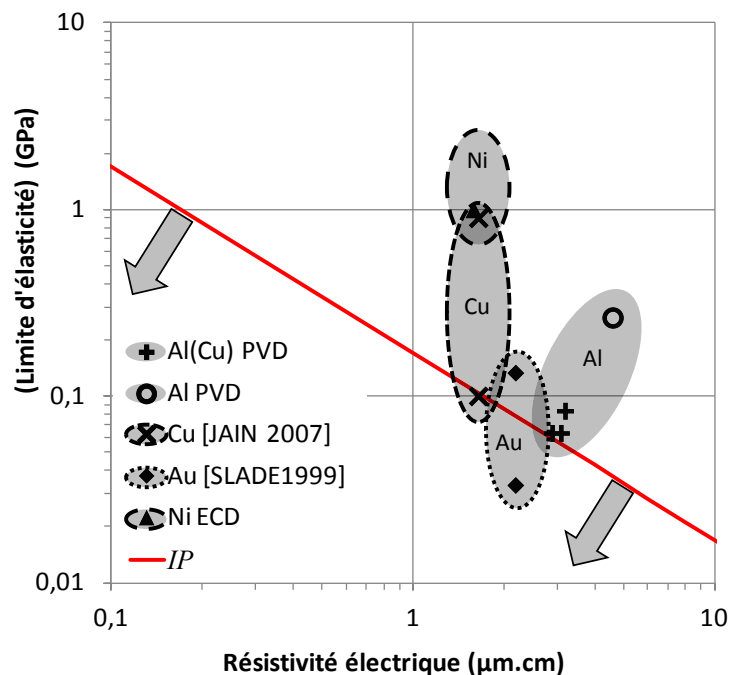
En parallèle, afin de savoir si d'autres métaux seraient de bons candidats, un indice de performance  $IP$  est défini en combinant la relation II-65 définissant la résistance électrique avec la limite d'élasticité du matériau :

$$IP = \rho \cdot \sigma_e = C.F.R \quad \text{I-12}$$

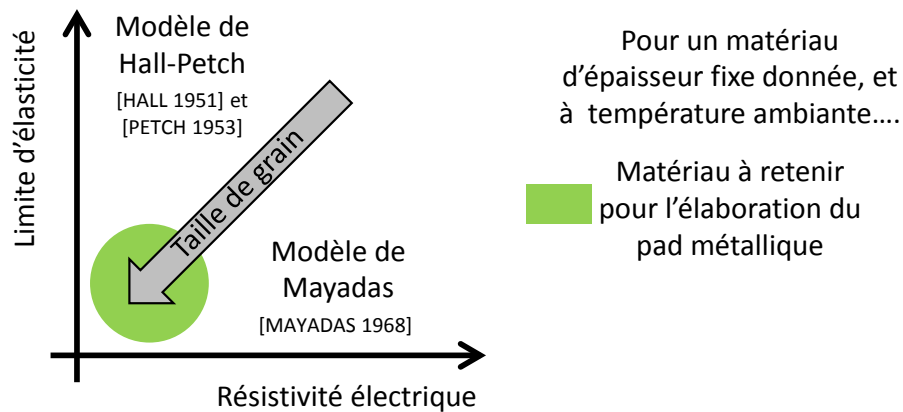
avec  $\rho$  et  $\sigma_e$  respectivement la résistivité électrique et la limite d'élasticité du matériau,  $C$  une constante (fonction de la géométrie du contact),  $F$  la force appliquée et  $R$  la résistance électrique de contact. Ainsi, si l'on veut avoir une pression minimale à appliquer et une résistance électrique de contact la plus faible possible, il faut chercher à minimiser cette indice de performance. Un diagramme d'Ashby est donc tracé avec la limite d'élasticité en fonction de la résistivité électrique, pour différents matériaux Figure J-1. Les valeurs données pour l'Al(Cu) et l'Aluminium et pour le Nickel ECD sont issues des chapitres IV et V de ce travail de thèse. Les valeurs pour le Nickel ECD sont complétées à l'aide des travaux de [DELOBELLE 2008]. Les valeurs données pour le Cuivre proviennent d'un bilan bibliographique réalisé par [JAIN 2007], avec des films minces de différentes épaisseurs et déposés selon différentes techniques sur un substrat de Silicium. Les valeurs pour l'Or sont issues des travaux de [SLADE 1999].

D'après ce diagramme, le Cuivre est un sérieux concurrent de l'Aluminium, avec une résistivité électrique plus faible, mais avec une limite d'élasticité plus importante. Le Cuivre présente malheureusement lui aussi le désavantage d'avoir un oxyde natif de quelques nanomètres d'épaisseur [PLATZMAN 2008]. Ainsi, l'Aluminium et les alliages d'Aluminium sont des candidats idéaux, pour fabriquer les pads métalliques à mettre en vis-à-vis des microinserts pour le procédé de report de puces. Toutefois, les nombreuses variantes d'alliages d'Aluminium et de techniques de dépôts ne permettent pas de conclure sur la solution exacte à adopter. De plus la résistivité électrique et la limite d'élasticité des métaux évoluent inversement avec la taille de grain (cf. Figure J-2). Ainsi, pour un matériau donné, il faut chercher à augmenter la taille de grain pour abaisser simultanément sa valeur de limite d'élasticité et sa valeur de résistivité électrique. Toutefois, en augmentant la taille moyenne de grain du film mince constitutif du pad de connexion, le fluage diffusionnel de Coble devient prépondérant et le temps moyen de défaillance diminue, selon les résultats obtenus lors d'essais d'électromigration sur des films d'Al(Cu wt-0,5%) par [VAIDYA 1981].

En conclusion, une diminution de la limite d'élasticité du métal constitutif du pad de connexion entraîne une diminution de la pression à appliquer pour former un contact de bonne qualité entre le microinsert et le pad, en facilitant la fracture de l'oxyde natif et l'extrusion du métal au travers des fissures. De la même façon, une diminution de la résistivité électrique permet d'atteindre des valeurs finales plus faibles de résistance électrique de contact.



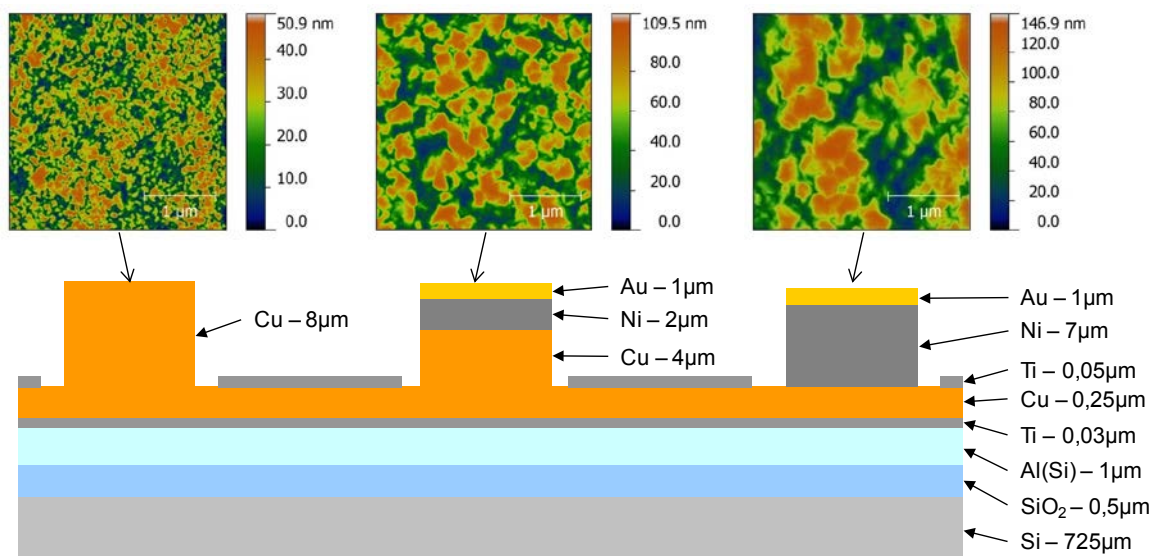
**Figure J-1 – Diagramme d'Ashby, avec la limite d'élasticité en fonction de la résistivité électrique.**



**Figure J-2 – Diagramme schématique de la relation entre la résistivité électrique et la limite d'élasticité, avec la taille de grain du métal.**

### J.1.2) Choix du matériau pour le microinsert

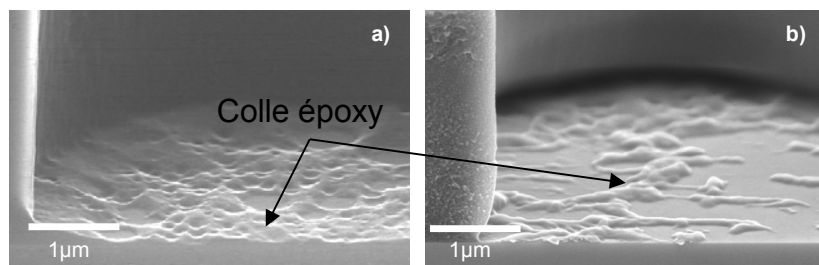
L'élaboration du microinsert dépend fortement du procédé de fabrication, étant donné la géométrie particulière à mettre en œuvre, limitant du coup le choix du matériau pour la réalisation du microinsert. Dans le cas du dépôt par voie électrochimique (ECD), utilisé par défaut dans le procédé de report de puces par microinsertion, il est possible de déposer différents métaux et alliages métalliques. Or, les conditions de dépôt ECD jouent sur les propriétés finales du matériau, sur sa microstructure et sa morphologie (par exemple la rugosité de surface). D'une part dans le chapitre IV, l'influence de la densité de courant lors d'un dépôt ECD, sur la valeur finale de la dureté d'un film mince de Nickel a été mis en évidence et d'autre part, une étude réalisée en parallèle à ce travail de thèse, a également permis de montrer une modification de la rugosité de surface (densité, rayon et hauteur moyens des rugosités...), en fonction du matériau ou de l'empilement déposé (cf. Figure J-3).



**Figure J-3 – Observations par AFM de la rugosité de surface de microinserts réalisés par ECD avec différents empilements de matériaux.**

Le choix du matériau pour le microinsert peut se faire de la même manière que pour le pad de connexion métallique, à l'aide de l'indice de performance donné avec la relation I-1. Il faut minimiser la valeur de résistivité électrique et celle de la limite d'élasticité du métal pour diminuer respectivement la valeur de résistance électrique de contact et diminuer la pression à appliquer. Cependant, la limite d'élasticité du métal constitutif du microinsert doit être supérieure à celle du métal du pad de connexion, afin de fissurer l'oxyde natif d'une part et déformer plastiquement le pad pour réaliser le contact électrique. Ainsi, des microinserts en Cuivre ou en Nickel sont, par exemple, d'excellents candidats (cf. Figure J-1). Comme pour le pad de connexion, l'idée d'utiliser un empilement de films minces pour fabriquer le microinsert (avec par exemple, un fin dépôt d'Or en surface du microinsert) pourrait permettre de s'affranchir de la formation d'un oxyde natif à la surface du Cuivre ou du Nickel.

Enfin, la rugosité de surface étant modifiée selon le matériau déposé, il est difficile de conclure sur le choix du matériau pour fabriquer le microinsert. Il a été démontré dans le chapitre V, que la formation du contact électrique à l'échelle d'une unique rugosité dépend du rayon de cette rugosité. Mais en réalité, la densité des rugosités, la répartition et la hauteur des rugosités sont des facteurs prépondérants dans la formation du contact électrique, lors de l'étape de thermocompression, plus particulièrement pour la fissuration de l'oxyde natif d'Al(Cu), mais également pour l'évacuation de la colle « époxy » placée entre le microinsert et le film d'Al(Cu) au début du procédé (pour le maintien mécanique). Une étude menée par [\[MAURIN 2010\]](#) a permis de mettre en évidence l'influence de la pression sur l'évacuation de la colle « époxy » (cf. Figure J-4), pour un type de microinsert donné. Ainsi, connaissant la viscosité de la colle « époxy » avant réticulation et les topographies de surface pour différents microinserts, une analyse numérique pourrait être envisagée, afin de déterminer le type de rugosité permettant d'évacuer au mieux la colle « époxy ».



**Figure J-4 – Etude de l'influence de la pression appliquée lors de l'étape de thermocompression sur la viscosité de la colle « époxy » [\[MAURIN 2010\]](#). Pressage à 60°C à des pressions respectives a) d'environ 300MPa et b) d'environ 1GPa avec une étape finale de réticulage commune à 180°C.**

### J.2) Géométrie du contact

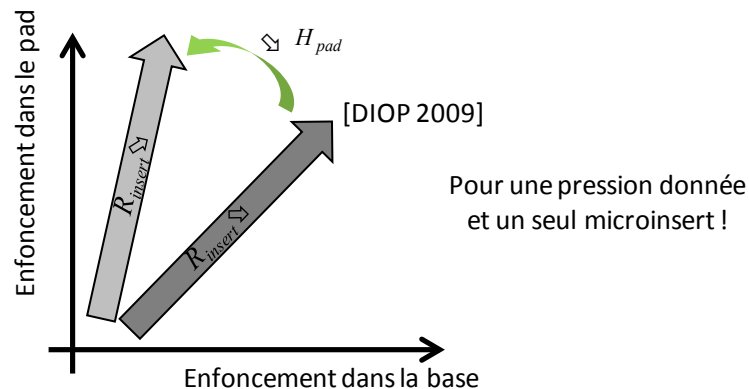
La géométrie du microinsert et l'épaisseur du pad de connexion sont également des paramètres déterminants dans la formation du contact lors de l'étape de thermocompression. Pour obtenir un bon contact, il faut un microinsert plus dur que le pad et qui s'enfonce le moins possible dans sa base, tout en ayant une résistivité électrique la moins élevée possible. Or, la résistance électrique induite par le microinsert et la pression à appliquer pour faire pénétrer le microinsert dans le pad dépendent directement du rayon et de la hauteur du microinsert. Le choix du rayon et de la hauteur pour le microinsert est discuté dans un premier temps, puis l'épaisseur du film d'Al(Cu) dans un second temps.

#### J.2.1) Rayon du microinsert

Dans ses travaux de thèse, Diop a cherché à analyser l'influence du diamètre du microinsert sur la formation du contact mécanique [\[DIOP 2009\]](#). Trois rayons de microinserts ont alors été

étudiés (6, 8 et 12,5 $\mu$ m), et les profondeurs respectives des empreintes résiduelles et les écrasements respectifs des microinserts ont été comparés entre eux pour différentes pressions (*i.e.* 0,8, 1,6 et 3,2GPa). Diop a observé que plus le diamètre du microinsert diminue, et plus l'enfoncement dans l'empilement de films minces métalliques (500nm de Cuivre sur 1 $\mu$ m d'Aluminium) sous le microinsert est prépondérant devant l'enfoncement dans le pad de connexion, alors composé d'un film d'Aluminium épais de 450nm déposé sur 250nm de Nitrure de Tungstène (WN). Or, cette configuration n'est pas une solution optimale pour réaliser un contact fiable entre le microinsert et le pad. L'objectif de la microinsertion est d'enfoncer le microinsert dans le pad et non dans sa base.

La dureté élevée du pad d'Aluminium utilisé par Diop, d'environ 0,7GPa comparable à la dureté de l'empilement sous le microinsert, et la présence de la couche de WN peuvent être à l'origine de ce résultat. Dans notre étude, le pad de connexion est constitué d'un film d'Al(Cu) d'une dureté de 0,19-0,25GPa, soit une dureté quatre fois plus faible que la dureté moyenne d'environ 1GPa de l'empilement métallique sous le microinsert. De plus, il n'y a pas de couche de WN dans cet empilement sous-jacent. Ainsi, l'influence du rayon du microinsert sur l'enfoncement du microinsert dans l'empilement (autrement dit dans la base), est surtout à prendre en compte lorsque les duretés des matériaux constitutifs du pad et de la base sont du même ordre de grandeur (cf. Figure J-5).



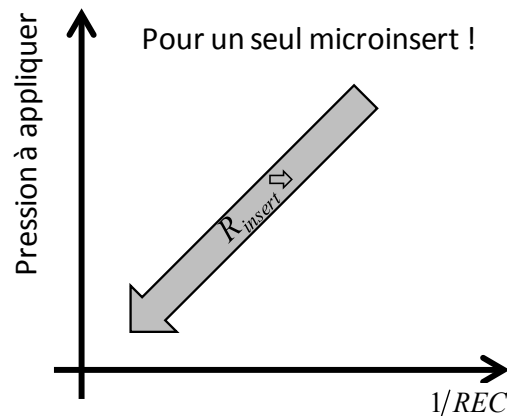
**Figure J-5 – Diagramme schématisant de l'évolution de l'enfoncement du microinsert dans le pad et dans sa base en fonction du rayon du microinsert et de la dureté du pad.**

Le rayon du microinsert joue par ailleurs un rôle important sur l'évolution de la résistance électrique de contact en fonction de la pression appliquée. D'une part d'après la relation II-65, la résistance électrique sans striction du microinsert évolue inversement avec le carré du rayon du microinsert. D'autre part, selon l'étude numérique donnée dans la partie V.3 du chapitre V, plus le rayon du microinsert diminue et plus la taille du disque isolant sous le microinsert se réduit rapidement. Or, la résistance électrique de contact  $R_{EC}$  dépend à la fois de la taille du disque isolant sous le microinsert et du rayon du microinsert. Il est donc difficile de savoir comment évolue la résistance électrique de contact en fonction du rayon du microinsert. Mais l'étude menée par [\[DIOP 2009\]](#) révèle une élévation de la résistance électrique de contact, lorsque le rayon du microinsert diminue.

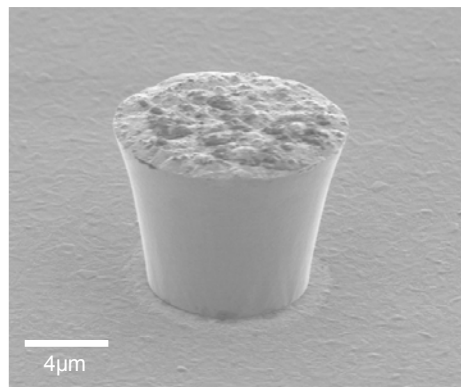
En conclusion, plus le rayon du microinsert est petit, plus la pression à appliquer diminue, mais plus la résistance électrique de contact  $R_{EC}$  semble avoir tendance à augmenter. Un compromis doit être trouvé, afin de répondre au cahier des charges du procédé de report de puces. Toutefois, il est important de remarquer que technologiquement, il n'est pas toujours évident d'obtenir des microinserts de rayons constants, en fonction du matériau, de la géométrie recherchée, des conditions de dépôt et de la qualité du masque obtenu avant l'étape de dépôt ECD (cf. Figure J-7). Mais cette contrainte technologique peut se transformer en une nouvelle voie d'élaboration des



microinserts, avec par exemple le développement de microinserts en forme de cône tronqué avec une base de plus grand rayon.



**Figure J-6 – Diagramme schématique de l'évolution de la pression à appliquer et de la résistance électrique de contact en fonction du rayon du microinsert.**



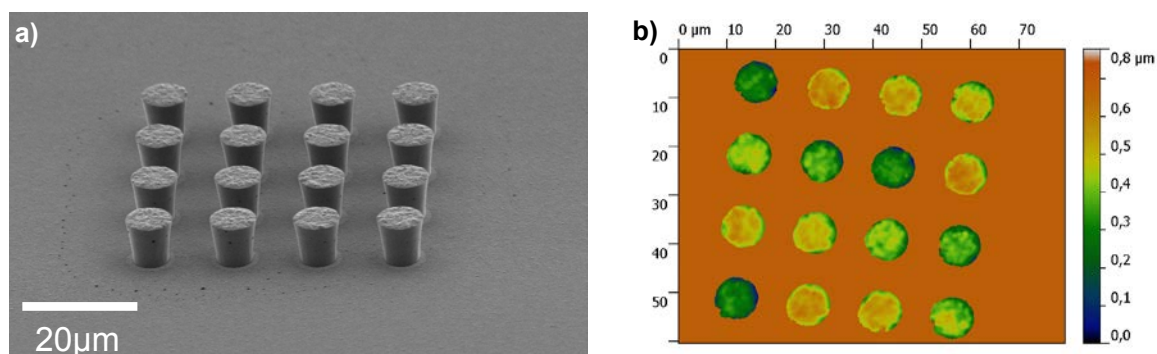
**Figure J-7 – Observation MEB d'un microinsert en Nickel avec un diamètre moyen non constant.**

#### J.2.2) Hauteur du microinsert

Une autre dimension importante du microinsert, à savoir sa hauteur, est elle aussi déterminante sur la formation du contact. Dans ce travail de thèse, la hauteur moyenne des microinserts est fixée à environ  $8\mu\text{m}$  et dans l'étude de [\[DIOP 2009\]](#) à environ  $5\mu\text{m}$ . D'un point de vue mécanique, aucun résultat expérimental n'est à notre disposition pour conclure sur l'influence de la hauteur du microinsert sur la formation et la fiabilité du contact. Mais, d'un point de vue électrique, plus la hauteur du microinsert est grande et plus la résistance électrique du microinsert est élevée selon la relation II-65. Aussi, il est important que le microinsert ne soit pas trop grand pour éviter d'accroître la résistance électrique introduite par le microinsert.

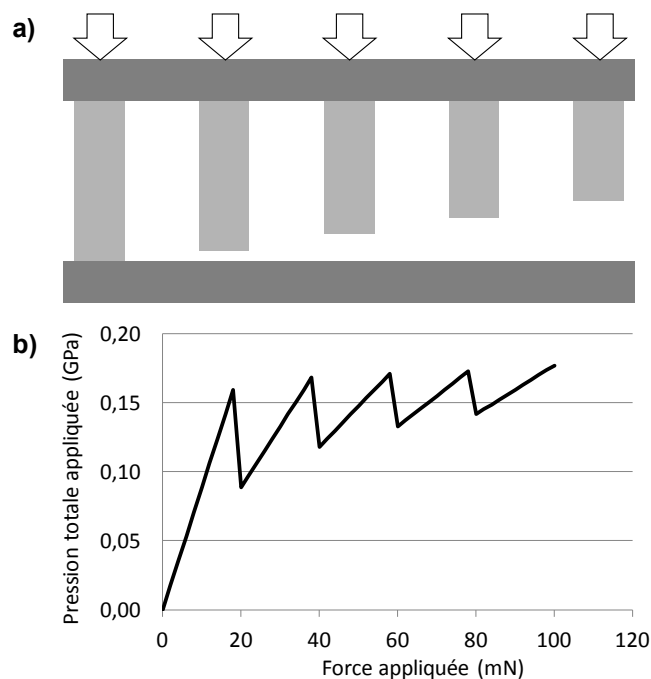
Un autre problème se pose, lorsque l'on discute de la hauteur des microinserts à savoir, les inhomogénéités en hauteur dans une même matrice  $4 \times 4$  de microinserts (on parle alors d'inhomogénéités intramatricielles) ou entre différentes matrices  $4 \times 4$  de microinserts sur une plaque entière de Silicium (on parle alors d'inhomogénéités intermatricielles). L'inhomogénéité intramatricielle illustrée à l'aide de la Figure J-8-b, atteint une valeur de  $800\text{nm}$  entre le microinsert le plus petit et le microinsert le plus grand, soit près de 10% de la hauteur moyenne des microinserts. L'inhomogénéité intermatricielle dépend quant à elle de la géométrie du substrat (mauvaise planéité ou déformations dues à la fabrication même du substrat et aux contraintes par les différents films minces déposés) et de l'alignement horizontal des deux puces à hybrider lors de l'étape de

thermocompression. De plus, la rugosité à la surface d'un seul microinsert entraîne aussi une inhomogénéité en hauteur moins contraignante, mais pouvant atteindre 200nm entre la rugosité la plus haute et le trou le plus profond (soit 2,5% de la hauteur du microinsert).



**Figure J-8 – a) Observation MEB et b) observation du dessus avec un interféromètre d'un réseau de microinserts en Nickel (de hauteur 8μm et de diamètre 12μm).**

Ces inhomogénéités ont pour conséquence de créer une différence de pression appliquée sur chaque microinsert, lors de l'étape de thermocompression du procédé de report de puces. Pour illustrer ce propos, une schématisation de cette étape avec cinq microinserts est donnée Figure J-9 avec la pression totale appliquée tracée en fonction de la force appliquée. Ces inhomogénéités peuvent également introduire des problèmes de régulation de la force à appliquer lors de l'étape de thermocompression, pouvant perturber la formation du contact à l'échelle de chaque microinsert. Pour conclure, un effort doit être porté sur l'homogénéisation intra- et intermatricielle de la hauteur des microinserts lors de l'étape de dépôt ECD, afin d'éviter ou du moins minimiser les effets sur la pression totale appliquée.



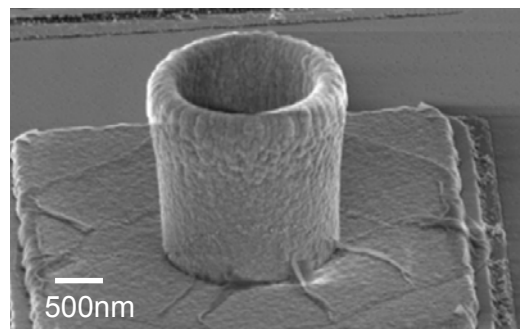
**Figure J-9– a) Schématisation (vue en coupe) de l'étape de thermocompression avec cinq microinserts, et b) évolution de la pression totale appliquée en fonction de la force appliquée.**



### J.2.3) Epaisseur du pad de connexion

Cette dernière section sur la géométrie du contact a pour objet l'influence de l'épaisseur du pad de connexion sur la formation du contact. L'épaisseur du pad de connexion en Al(Cu) est de 650nm dans ce travail de thèse, alors que dans l'étude de [\[DIOP 2009\]](#), un empilement de 450nm d'Aluminium sur 250nm de WN constitue le pad de connexion. Malheureusement, trop peu de résultats expérimentaux permettent de conclure sur l'influence de l'épaisseur du film métallique sur la formation et la fiabilité du contact réalisé par microinsertion. Toutefois, d'un point de vue électrique, plus l'épaisseur du pad est petite, plus la valeur de la résistance électrique de « spreading » augmente (cf. Equations II-81 et II-82) et plus la résistivité du matériau augmente, selon le modèle de [\[MAYADAS 1970\]](#). De plus, à fortes forces, il a été vu dans la première partie du chapitre V que la résistance électrique de contact est dominée par la résistance électrique de « spreading ». Il est donc primordial de conserver une épaisseur de film métallique suffisante pour le pad de connexion, afin de ne pas créer un contact final trop résistif.

Des pistes pour améliorer le procédé de microinsertion ont été établies à l'aide des résultats obtenus dans les chapitres IV et V. Toutefois, il existe des alternatives pour hybrider les puces, avec par exemple l'utilisation de microtubes (cf. Figure J-10) [\[GOUBAULT 2013\]](#). Ce type d'interconnexions présente de nombreux avantages et pourrait remplacer à l'avenir l'emploi de microinserts dans les procédés de report de puces.



**Figure J-10 – Observation microscopique d'un microtube métallique utilisé dans des technologies d'interconnexions [\[GOUBAULT 2013\]](#).**



## **Lois de comportement des matériaux utilisés dans les contacts électriques pour application « flip chip ».**

Dans le cadre de l'intégration « 3D », une technologie d'assemblage par report de puces sur tranche de Silicium (« flip chip ») reposant sur un procédé de microinsertion a été développée ces dernières années. Cette technologie est basée principalement sur la mise en contact par thermocompression, de réseaux de (micro)inserts en Nickel ECD, avec des plots de connexions métalliques en Al(Cu). Au cours de ce travail, un scénario de formation du contact entre un unique microinsert de Nickel rugueux et un film mince d'Aluminium lisse, prenant en compte la présence d'Alumine native à l'interface de contact, est proposé pour une gamme de pressions allant du MPa au GPa. L'analyse du contact métal-oxyde-métal se base essentiellement sur la fissuration de l'oxyde natif suivie de l'extrusion du métal au travers des fissures, et nécessite d'établir au préalable les lois de comportement des matériaux mis en jeu à partir d'essais de nanoindentation instrumentée couplés à des simulations numériques. Enfin, la mesure de l'évolution de la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée à l'aide de dispositifs expérimentaux originaux, permet de mettre en évidence les différents mécanismes de formation du contact métallique lors du procédé de microinsertion.

**Mots clés :** nanoindentation ; microinsertion ; poinçon plat ; mécanique du contact ; contact électrique ; Aluminium ; Alumine ; Nickel ECD ; films minces ; multicouche ; fissuration ; simulation en éléments finis.

---

## **Behaviour laws of materials used in electrical contacts for « flip chip » technologies.**

In the field of « 3D » microelectronic integration, a wafer level technology using flip chip stacking and based on a microinsertion process has been developed recently. This technology is mainly based on the contact realized by thermocompression between a network of microinserts made of Nickel ECD, with connections pads in Al(Cu). In this work, a scenario describing the contact establishment between a unique rough microinsert of Nickel and a smooth thin Aluminum film taking into account the presence of native Alumina at the contact interface, is developed for a range of pressures from MPa to GPa. The analysis of the metal-oxide-metal contact is essentially based on the fracture of the native oxide followed by the metal extrusion through cracks, and requires the knowledge of the behaviour laws of materials, obtained from instrumented nanoindentation tests coupled with numerical modeling. Finally, the measure of the electrical contact resistance evolution in function of applied load, with specific pioneering experimental setup, showcases the mechanisms driving the formation of metallic contact during the microinsertion process.

**Keywords :** nanoindentation ; microinsertion ; flat punch ; contact mechanics ; electrical contact ; Aluminium ; Alumina ; Nickel ECD ; thin films ; multilayer ; fracture ; finite element modeling.